

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радионуклеонная лаборатория

А. О. ФУРМАН

**Практикум по применению
изотопов и излучений
в сельском хозяйстве**

ВЫПУСК II

РАДИОМЕТРИЯ
(часть вторая)

МОСКВА—1960

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

А. О. ФУРМАН

П Р А К Т И К У М

ПО ПРИМЕНЕНИЮ ИЗОТОПОВ И ИЗЛУЧЕНИЙ В СЕЛЬСКОМ ХОЗЯЙСТВЕ

ВЫПУСК II
РАДИОМЕТРИЯ
(часть вторая)

*Под общей редакцией
доктора химических наук
В. В. РАЧИНСКОГО*

МОСКВА—1960

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

РАБОТА № 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА ПОЛУРАСПАДА РАДИОАКТИВНОГО ИЗОТОПА

Закон радиоактивного распада. Радиоактивный распад атомных ядер происходит самопроизвольно и приводит к непрерывному уменьшению числа атомов исходного радиоактивного изотопа и накоплению атомов продукта распада.

При радиоактивном распаде проявляется общая закономерность, состоящая в том, что количество атомов данного радиоактивного изотопа, распадающихся в единицу времени, всегда составляет определенную, характерную для данного изотопа долю от полного числа еще не распавшихся атомов. Это связано с тем, что вероятность распада отдельного атома радиоактивного изотопа за промежуток времени Δt не зависит от условий, в которых атом находился ранее и находится в настоящее время, и для достаточно малых отрезков времени пропорциональна Δt . Поэтому число атомов ΔN , претерпевших распад за малый промежуток времени Δt , пропорционально общему числу нераспавшихся радиоактивных атомов N и величине интервала Δt . Этот закон математически может быть представлен в виде соотношения:

$$-\Delta N = \lambda N \Delta t \quad (1)$$

Знак минус указывает, что число радиоактивных атомов N убывает.

Коэффициент пропорциональности λ носит название постоянной распада и является константой, характерной для данного радиоактивного изотопа. Закон радиоактивного распада обычно записывают в виде дифференциального уравнения

$$-\frac{dN}{dt} = \lambda N, \quad (2)$$

предполагая при этом, что за время dt распадается небольшая часть общего числа радиоактивных атомов.

Величина $\frac{dN}{dt}$ — есть абсолютная скорость распада атомов (ядер) радиоактивного изотопа и называется активностью (см. ниже).

Из уравнения (2) следует, что $\lambda = -\frac{dN}{dt} \cdot \frac{1}{N}$ есть уменьшение числа нераспавшихся атомов за единицу времени, отнесенное к общему числу нераспавшихся атомов, или доля радиоактивных атомов, распадающихся в единицу времени.

Постоянная распада λ имеет размерность обратного времени и выражается в сек^{-1} . Чем больше λ , тем быстрее происходит распад радиоактивных атомов, т. е. λ характеризует относительную скорость распада для каждого радиоактивного изотопа.

Число атомов, распадающихся в единицу времени, непрерывно уменьшается по мере уменьшения числа нераспавшихся атомов радиоактивного изотопа.

Итак, закон радиоактивного распада (уравнение 2) может быть сформулирован следующим образом: число атомов (ядер) dN , распадающихся за бесконечно малый промежуток времени dt , пропорционально числу атомов N , имеющихся налицо в момент времени t .

Величина, обратная константе распада, $\tau = \frac{1}{\lambda}$ называется средней продолжительностью жизни атомов данного радиоактивного изотопа. Поэтому закон радиоактивного распада можно выразить и так: средняя продолжительность жизни атомов есть величина постоянная для данного радиоизотопа.

На практике удобнее пользоваться интегральной формой закона радиоактивного распада. Если в уравнении (2) разделить переменные и произвести интегрирование в пределах от N_0 до N_t и от 0 до t , то будем иметь:

$$\int_{N_0}^{N_t} \frac{dN}{N} = -\lambda \int_0^t dt, \text{ что дает } -\ln \frac{N_t}{N_0} = \lambda t$$

и окончательно

$$N_t = N_0 e^{-\lambda t} \quad (3)$$

Здесь N_0 —число атомов радиоактивного изотопа в начальный момент времени $t=0$, а N_t —число таких атомов, оставшихся к моменту времени t . Полученное уравнение является одним из самых важных уравнений прикладной ядерной физики. Зная (из таблиц) постоянную распада λ , можно по формуле (3) определить число радиоактивных атомов N_t для любого момента времени t .

Период полураспада. Для характеристики радиоактивного распада часто вместо λ пользуются другой величиной—периодом полураспада $T_{1/2}$. Период полураспада—это время, в течение которого в среднем распадается половина всех атомов данного радиоактивного вещества.

Полагая в формуле (3) $t=T_{1/2}$ и, соответственно, $N_t = \frac{N_0}{2}$,

$$\text{получим: } \frac{N_0}{2} = N_0 e^{-\lambda T_{1/2}} \text{ или } \frac{1}{2} = e^{-\lambda T_{1/2}}.$$

Логарифмируя обе части последнего равенства, будем иметь $\ln \frac{1}{2} = -\lambda T_{1/2}$, а отсюда:

$$T_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} = \frac{0,693}{\lambda} \quad (4)$$

Закон радиоактивного распада можно теперь переписать в виде:

$$N_t = N_0 e^{-\frac{0,693 t}{T_{1/2}}} \quad (5)$$

Из этой формулы следует, что чем больше период полураспада $T_{1/2}$, тем медленнее происходит радиоактивный распад. Периоды полураспада характеризуют степень стабильности радиоактивного ядра и для разных изотопов меняются в широких пределах, напр., от $6 \cdot 10^{14}$ лет у In^{115} до $3 \cdot 10^{-7}$ сек. у ThC' . Для некоторых биологически важных радиоизотопов периоды полураспада $T_{1/2}$ имеют следующие значения: C^{14} —5720 лет, S^{35} —87,1 дня, Ca^{45} —163 дня, P^{32} —14,3 дня, K^{40} — $1,3 \cdot 10^9$ лет, Na^{24} —15,1 часа, Co^{60} —5,3 года, J^{131} —8,14 дня, Mn^{56} —2,57 часа, H^3 —12,4 года.

Если выражать время в долях периода полураспада $t = m T_{1/2}$, то, очевидно, имеет место соотношение:

$$\frac{N_{m T_{1/2}}}{N_0} = \frac{1}{2^m} \quad (6)$$

Так, например, если прошло два периода полураспада ($m=2$), то число радиоактивных атомов уменьшится в 4 раза. Если $t=10T_{1/2}$ ($m=10$), то $\frac{N_{10T_{1/2}}}{N_0} = \frac{1}{2^{10}} = \frac{1}{1024}$, т. е. оставшаяся радиоактивность будет составлять менее 0,1% от исходной. Обычно считают, что за такой промежуток времени радиоактивный изотоп распадается практически полностью.

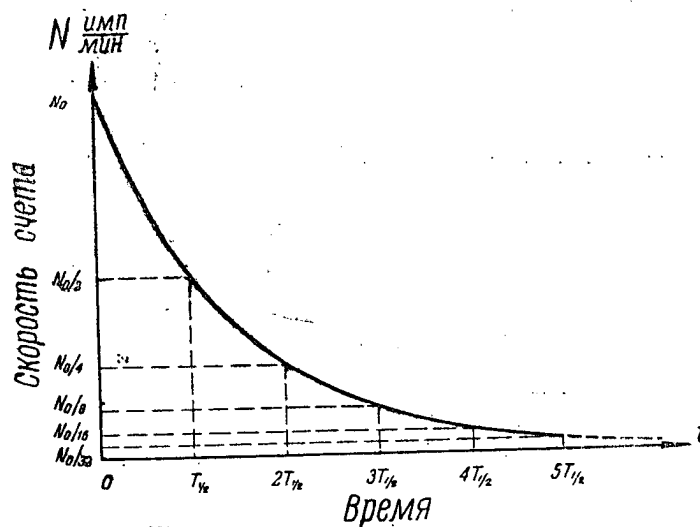


Рис. 28. Кривая радиоактивного распада

На рис. 28 изображена кривая распада радиоактивного изотопа. По горизонтальной оси отложено время (в периодах полураспада), по вертикальной оси — скорость счета $N \frac{\text{имп}}{\text{мин}}$ радиоактивного препарата — величина, пропорциональная количеству радиоактивных атомов N (см. ниже).

Кривая, изображенная на рис. 28, является экспонентой (см. формулы 3 и 5) и асимптотически приближается к оси времени, никогда не пересекая ее. При $t=T_{1/2}$ скорость счета N (или количество радиоактивных атомов N) уменьшается наполовину, при $t=2T_{1/2}$ — в четыре раза, при $t=3T_{1/2}$ — в 8 раз, при $t=mT_{1/2}$ — в 2^m раз.

Активность и скорость счета. При работе с радиоактивными препаратами экспериментатор, регистрируя ядерные излучения, измеряет не число радиоактивных атомов, содержащихся в препарате, а число распадов в единицу времени. Мера количества радиоактивного вещества, выражаемая числом радиоактивных превращений в единицу времени, называется активностью этого вещества. Как указывалось выше, активность есть абсолютная скорость распада ядер атомов радиоактивного изотопа $A = -\frac{dN}{dt}$. На основании (2) имеем:

$$A = \lambda N \quad (7)$$

Следовательно, активность препарата прямо пропорциональна числу содержащихся в нем радиоактивных атомов N , т. е. количеству радиоактивного вещества. С другой стороны, для различных радиоизотопов активность тем больше, чем больше постоянная распада λ (меньше период полураспада).

Активность измеряется в единицах радиоактивности — *кюри*. По определению 1 кюри — это количество радиоактивного вещества, в котором происходит $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов в 1 сек. Наряду с *кюри* употребляются также и единицы, производные от кюри: в тысячу раз меньшая — *милликюри* (мкюри), в миллион раз меньшая — *микрокюри* (мккюри), а также единица радиоактивности — *резерфорд*.

Таким образом: 1 кюри = $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов/сек

1 мкюри = $3,7 \cdot 10^7$ »

1 мккюри = $3,7 \cdot 10^4$ »

1 резерфорд = $1 \cdot 10^6$ »

Активность источников, применяемых в лабораторной практике, заключена обычно в пределах от долей микрокюри до нескольких милликюри.

Убыль активности радиоактивного источника с течением времени подчиняется основному закону радиоактивного распада. Действительно, умножая почленно выражение (3) на λ и учитывая (7), получим:

$$A_t = A_0 e^{-\lambda t} \quad (8)$$

Как указывалось ранее (см. часть I, раб. № 1, 6), при работе со счетчиками частиц активность препарата (абсолютное число распадов в единицу времени) непосредственно не

определяется. Измеряемой величиной в этом случае является скорость счета N , выражаемая в импульсах в минуту*.

Скорость счета связана с активностью препарата простой зависимостью:

$$N = \phi A = \phi \lambda N, \quad (9)$$

где λ выражена в мин^{-1} . Коэффициент ϕ означает эффективность счета (см. ч. I описание работы № 4) и называется иногда коэффициентом счетности.

Напомним, что эффективность счета ϕ зависит от типа и энергии исследуемого излучения, геометрических условий опыта, типа счетчика и регистрирующей аппаратуры, эффектов поглощения и рассеяния излучения и других факторов, влияющих на результаты измерения (работы №№ 4 и 6). Если ϕ не меняется (постоянство условий измерений), то изменение во времени скорости счета радиоактивного препарата также должно подчиняться закону радиоактивного распада

$$N_t = N_0 e^{-\lambda t}, \quad (10)$$

где N_0 и N_t — скорости счета для соответствующих моментов времени. Эту зависимость мы наблюдаем на опыте (см. рис. 28). Итак, закон радиоактивного распада одинаково справедлив для изменения количества радиоактивных атомов N , активности источника A и скорости счета N :

$$\frac{N_t}{N_0} = \frac{A_t}{A_0} = \frac{N_t}{N_0} = e^{-\lambda t}. \quad (11)$$

Определение периода полураспада $T_{1/2}$ по уменьшению скорости счета N . Пользуясь выражением (10), можно экспериментально определить постоянную распада λ и период полураспада $T_{1/2}$ исследуемого изотопа. Логарифмируя обе части уравнения (10), получаем:

$$\ln N_t = \ln N_0 - \lambda t \quad (12)$$

Если построить график в полулогарифмическом масштабе, откладывая по оси абсцисс время t , а по оси ординат — натуральные логарифмы скорости счета $\ln N_t$ то в указанных координатах эта зависимость изобразится прямой линией, угловой коэффициент которой (наклон к оси абсцисс) $\text{tg} \alpha = \lambda$.

* Мы обозначаем скорость счета прямой буквой N , а число радиоактивных атомов — косой буквой N .

Рис. 29 иллюстрирует метод определения постоянной распада радиоактивного изотопа. Для экспериментального определения λ необходимо установить источник в стандартной позиции относительно счетчика и измерить скорости счета N_t в разные моменты времени t . По опытным данным затем строят график в координатах $(t, \ln N_t)$ или $(t, \lg N_t)$. На рис. 29 экспериментальные точки отмечены кружками. В силу статистического характера радиоактивного распада, а также

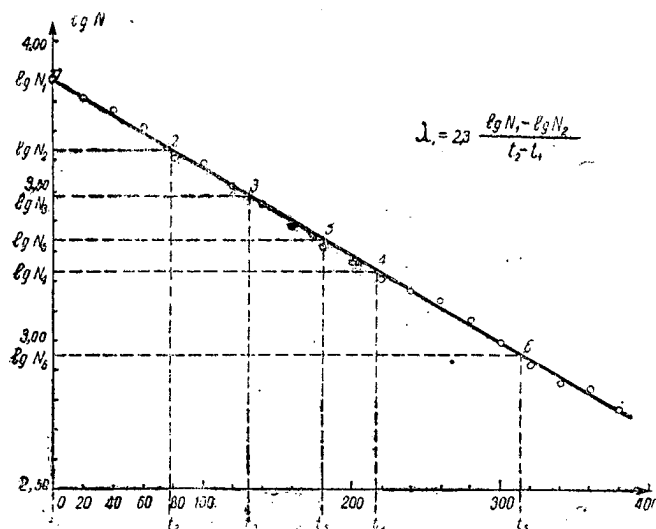


Рис. 29. К определению постоянной распада λ радиоактивного изотопа. График построен в полулогарифмическом масштабе: по горизонтальной оси — время, по вертикальной оси — десятичный логарифм скорости счета.

случайных ошибок измерений, точки оказываются разбросанными вокруг истинных значений скоростей счета. По экспериментальным точкам строится прямая, причем наиболее объективные результаты такого построения могут быть получены при помощи метода наименьших квадратов. Здесь мы не останавливаемся на этом общезвестном методе, описанном в математических справочниках и руководствах по обработке экспериментальных данных. Взяв на полученной прямой две точки, соответствующие моментам времени t_1 и t_2 , определяют постоянную распада по формуле:

$$\lambda = \frac{\ln N_1 - \ln N_2}{t_2 - t_1}, \quad (13)$$

которая следует из ф-лы (12), если заменить N_0 и N_1 через N_1 и N_2 и учесть, что $t = t_2 - t_1$. Можно взять две любые точки (с индексами i и k) на прямой и по их координатам найти λ , пользуясь общей формулой:

$$\lambda = \frac{\ln N_i - \ln N_k}{t_k - t_i} \quad (14)$$

Поскольку чаще имеют дело с таблицами десятичных логарифмов, а не натуральных то, учитывая, что $\ln x = 2,302 \lg x$, получаем следующее выражение для определения постоянной распада:

$$\lambda = 2,302 \frac{\lg N_i - \lg N_k}{t_k - t_i} \quad (15)$$

Если время выражено в минутах, то λ получим в мин⁻¹. Период полураспада $T_{1/2}$ находят затем, пользуясь соотношением (4).

Для непосредственного определения $T_{1/2}$ можно использовать и другой прием, а именно: найти отрезок оси абсцисс, соответствующий уменьшению скорости счета вдвое. Для этого от произвольной точки на оси ординат ($\lg N$) следует отложить величину $\lg 2 = 0,3010$, и тогда проекция полученного отрезка на ось времени даст, по определению, период полураспада $T_{1/2}$.

Чтобы повысить точность графического определения λ и $T_{1/2}$, берут на графике несколько пар точек (см. рис. 29) и определяют для каждой пары соответствующее значение λ по формуле (15). На графике рис. 29 выбраны 6 точек, которые можно разбить на любые три пары и, получив для каждой пары значение λ , найти среднюю величину $\lambda_{\text{ср}} = \frac{\lambda_1 + \lambda_2 + \lambda_3}{3}$.

Полученное значение $\lambda_{\text{ср}}$ подставляют затем в соотношение (4) и определяют $T_{1/2}$, указывая соответствующую ошибку.

При выполнении настоящей работы (см. ниже) следует определять λ вышеуказанным способом (беря три пары точек на экспериментальной прямой).

В опытах по изучению характеристик распада необходимо правильно выбрать время отдельного измерения. Для получения достоверных отсчетов требуется достаточное время, чтобы зарегистрировать большое число частиц и получить

удовлетворительную точность измерения (см. работу № 7). С другой стороны, отдельные отсчеты нужно производить достаточно быстро, чтобы активность препарата практически оставалась неизменной в течение времени отдельного измерения. Общее время наблюдения процесса распада должно обеспечивать заметное уменьшение активности и быть

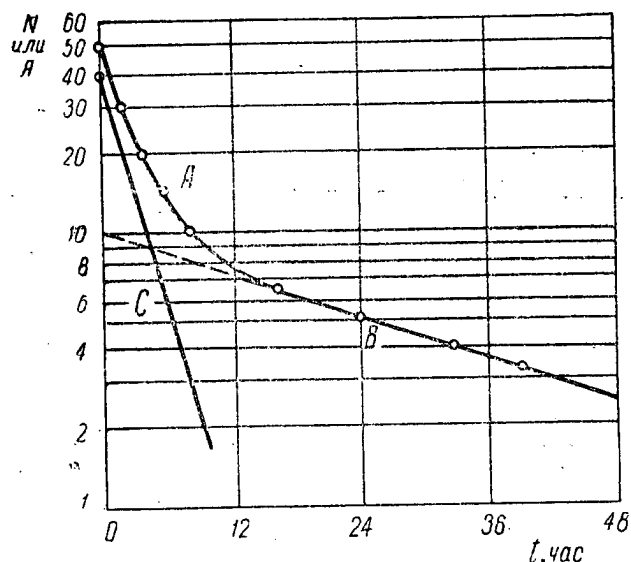


Рис. 30. Сложная кривая распада двухкомпонентной смеси изотопов — А. Долгоживущая компонента (λ_2) — В; короткоживущая компонента (λ_1) — С; $\lambda_1 \gg \lambda_2$. Пунктир — экстраполированный участок прямой В. График построен в полупологарифмическом масштабе: по оси абсцисс — время, по оси ординат — скорость счета N или активность А.

сравнимым с величиной периода полураспада, или превосходить ее. Поэтому описанный метод оказывается негодным в тех случаях, когда период полураспада либо очень велик (измеряется годами), либо очень мал (измеряется секундами).

Если в полупологарифмическом масштабе вместо прямой линии получается кривая, то это свидетельствует о наличии в препарате более чем одного радиоактивного изотопа (с разными периодами полураспада) — см. рис. 30.

В случае смеси двух независимо распадающихся изотопов, периоды полураспада которых различны, изменение общей активности препарата (скорости счета) в зависимости от времени подчиняется уравнению:

$$N = N_1 + N_2 = N_{01} \cdot e^{-\lambda_1 t} + N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t}, \quad (16)$$

где N_{01} и N_{02} —скорости счета, обусловленные распадом каждого из изотопов при $t=0$. При достаточно больших значениях t одно из слагаемых становится практически равным нулю. В этом случае, как видно из рис. 30, кривая А переходит в прямую В, наклон которой соответствует постоянной распада λ_2 компоненты с большей продолжительностью жизни.

Экстраполируя прямую В к $t=0$, находят на графике значения $N_2 = N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t}$ долгоживущего изотопа для нескольких моментов времени t . Разности $N - N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t} = N_{01} \cdot e^{-\lambda_1 t}$ соответствующие убыли активности одной короткоживущей компоненты, снова наносят на полулוגарифмический график и получают прямую С, тангенс угла наклона которой соответствует значению λ_1 . Таким образом производят анализ двухкомпонентной системы, который часто применяется для определения чистоты радиоактивного изотопа (степени его загрязнения другим изотопом). Если число радиоактивных изотопов больше трех, то подобная обработка кривой распада делается весьма затруднительной. Даже двухкомпонентные системы не поддаются надежному разделению, если периоды полураспада отдельных компонент отличаются менее, чем вдвое. Кривая распада, приведенная на рис. 30, соответствует системе из двух радиоизотопов, периоды полураспада которых отличаются примерно в 10 раз.

Поправка на радиоактивный распад. При проведении биологических работ с радиоактивными изотопами весьма существенным является факт изменения активности источника (и, следовательно, скорости счета) с течением времени.

Это обстоятельство должно учитываться при определении количества радиоактивного вещества, подлежащего введению в почву, в питательный раствор, в удобрения при постановке длительных вегетационных опытов, при обработке результатов опыта по определению содержания меченого элемента в различных органах растения и животного и т. п. Вся программа исследования, начиная с момента получения радиоизотопа и кончая измерениями активности исследуемых объектов, дол-

жна быть спланирована во времени с учетом периода полураспада применяемого изотопа.

Для решения этих вопросов нужно знать соответствующие значения поправок на радиоактивный распад K_λ .

Поправка на распад указывает, на какую величину надо умножить результат измерения активности (скорости счета), чтобы получить исходную активность. Из уравнения (11) следует, что

$$K_\lambda = \frac{A_0}{A_t} = \frac{N_0}{N_t} = e^{\lambda t} \quad (17)$$

Таким образом, величина $e^{\lambda t} = K_\lambda$ показывает, во сколько раз N_0 больше N_t . Очевидно, что K_λ всегда положительно и больше 1. Если известен период полураспада применяемого радиоизотопа, то поправку на распад, очевидно, следует вычислять по формуле:

$$K_\lambda = e^{\frac{0,693 t}{T_{1/2}}} \quad (18)$$

Необходимость введения поправки на распад особенно выступает при $t \geq T_{1/2}$, т. е. когда продолжительность опыта сравнима с периодом полураспада или больше его. Если по характеру исследования требуется измерять активность проб в разные моменты времени (например, в разные сроки вегетации), то результаты каждого измерения следует привести к начальному моменту времени. Иначе говоря, скорости счета N_1, N_2, \dots, N_n , отвечающие моментам времени t_1, t_2, \dots, t_n , нужно умножить на соответствующие значения $K_1 = e^{\lambda t_1}$, $K_2 = e^{\lambda t_2}$, $K_n = e^{\lambda t_n}$. Полученные величины $N_{10}, N_{20}, \dots, N_{n0}$ дают возможность судить об истинном содержании меченого элемента в исследуемых пробах.

Вычисление поправки на распад можно производить по ф-ле (18), пользуясь таблицей экспоненциальной функции e^x , имеющейся в математических справочниках (в данном практическом случае такие таблицы выдаются каждому практиканту). При этом сначала определяют отношение $\frac{t}{T_{1/2}}$, затем вычисляют значение показателя степени $x = 0,693 \frac{t}{T_{1/2}}$, и наконец, по таблице находят значение поправки $K_\lambda = e^x$.

В некоторых руководствах по применению метода меченых атомов (см. например [1]) приведены таблицы поправок на радиоактивный распад для разных значений отношения $\frac{t}{T_{1/2}}$. Пользование такими таблицами значительно сокращает время на вычисления.

В качестве примера решим практическую задачу, связанную с учетом поправки на распад.

Задача. Какой исходной активностью (скоростью счета в импульсах/мин) должен обладать препарат радиоактивного фосфора P^{32} с тем, чтобы через два месяца скорость счета при измерении препарата составляла не менее 100 импульсов в минуту?

Решение: Период полураспада P^{32} равен 14,3 дня. Отношение $\frac{t}{T_{1/2}} = \frac{60 \text{ дн.}}{14,3 \text{ дн.}} = 4,196 \cong 4,2$

Показатель степени $x = 0,693 \cdot 4,2 = 2,91$.

По таблице функции e^x находим $K_\lambda = e^{2,91} = 18,35$. Отсюда, исходная скорость счета при внесении радиоактивного фосфора в препарат должна быть не менее:

$$N_0 = N_t \cdot K_\lambda = 100 \text{ имп/мин} \cdot 18,35 = 1835 \text{ имп/мин.}$$

Если за время опыта активность источника существенно не меняется (непродолжительный опыт или очень большой период полураспада радиоизотопа), то поправку на распад вводить не нужно. Расчеты показывают, что при $\frac{t}{T_{1/2}} \leq 0,02$ поправка на распад $K_\lambda \leq 1,01$. В этом случае можно не вводить поправку, так как погрешность, допускаемая при этом (1%), лежит в пределах точности большинства биологических исследований. При $\frac{t}{T_{1/2}} = 0,05$, $K_\lambda = 1,03$, и здесь также можно не учитывать уменьшения активности, если точность 3% является достаточной для опыта. Например, если в случае P^{32} требуемая точность результата составляет 3%, поправку на распад следует вводить по истечении $t = 0,72$ дн. с момента начала опыта. Для изотопа C^{14} ($T_{1/2} = 5700$ лет) соответствующее время составляет 285 лет. Поэтому в экспериментах с радиоуглеродом не интересуются поправкой на распад (за исключением работ по определению возраста древесных пород, археологических исследований и т. п.).

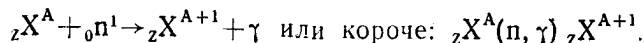
Принадлежности:

1. Установка типа Б-2.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Радиоактивный препарат в плексигласовой подставке.
4. Часы, секундомер.
5. Миллиметровая бумага, таблицы логарифмов, таблицы e^x и e^{-x} .

Упражнение 1

Определение периода полураспада радиоактивного изотопа

В настоящей работе используется радиоактивный изотоп со сравнительно коротким периодом полураспада, т. к. для достаточно точного определения $T_{1/2}$ необходимо иметь значительное уменьшение активности образца за время выполнения работы. Для этой цели удобно самим получить радиоактивный изотоп с подходящим периодом полураспада путем облучения нейтронами стабильного изотопа того же химического элемента. Как известно, большинство изотопов различных химических элементов под действием медленных нейтронов (тепловых нейтронов) активируются, т. е. превращаются в радиоактивные изотопы того же элемента с массовым числом, на единицу большим, чем у исходного изотопа. Этот процесс активации происходит в результате ядерной реакции радиационного захвата, которую обычно записывают в виде:



Символом X здесь обозначается данный химический элемент. В результате захвата ядром теплового нейтрона образуется новое ядро, которое преимущественно является радиоактивным, и испускается γ -квант, уносящий избыток энергии. Изотопы различных химических элементов (нуклиды) обладают разной вероятностью захвата теплового нейтрона или, как говорят, эффективным сечением активации.

В зависимости от величины эффективного сечения будет различный выход активированного изотопа. Целый ряд искусственно радиоактивных изотопов получается методом активации в ядерном реакторе (например, получение Co^{60} по реакции $Co^{59}(n, \gamma) Co^{60}$).

В лабораторных условиях источником нейтронов может служить радиево-бериллиевый источник, представляющий собой ампулу со смесью соли радия с порошком бериллия. Такой источник испускает быстрые нейтроны по реакции

$\text{Be}^9(\alpha, n)\text{C}^{12}$, в результате которой образуется $\sim 10^7$ нейтронов в 1 сек. на 1 г Ra с энергиями от 2 до 12 мэв. Для получения тепловых нейтронов (Ra- α -Be)—источник помещают в парафиновый блок, ибо известно, что парафин обладает высоким содержанием атомов водорода и поэтому весьма эффективно замедляет нейтроны до тепловых энергий ($\sim 0,025$ эв). Получение радиоизотопа путем активации не входит в задачу практикантов данного курса. Эту работу выполняют сотрудники лаборатории непосредственно перед занятием по определению периода полураспада (или накануне).

Выполнение работы

Выполняют обычные операции подготовки установки Б-2 к работе (см. часть 1): включение, прогрев, подача рабочего напряжения на счетчик. Затем приступают к измерениям эталона и фона в течение 5 минут. Результаты записывают в отдельный протокол (см. ч. 1, работу № 3). Скорость счета фона $N_{\text{ф}}$ должна учитываться при обработке результатов данного упражнения.

Препарат, содержащий радиоактивный изотоп, полученный методом активации, помещают в углубление плексигласовой подставки и устанавливают на 2-ю или 3-ю позиции столика для образцов. Перед измерениями нужно заготовить таблицу (см. таблицу 1), которую заполняют по мере получения опытных данных. Все расчеты и заполнение таблицы 1 целесообразно производить во время экспозиции и в промежутках между двумя экспозициями.

Измерения проводят через каждые 20 минут, продолжительность измерений — 5 минут, пауза — 15 минут. Работу можно прекратить, когда начальная скорость счета снизится не менее, чем в 4 раза.

После окончания измерений убирают препарат и сдают его лаборанту. Строят на миллиметровой бумаге график зависимости $\lg N_{\text{пр}}$ от относительного времени t . По горизонтальной оси откладывают время t в масштабе: 1 см — 20 минут, по вертикальной оси — величину $\lg N_{\text{пр}}$ в масштабе: 10 см — 1 единица характеристики.

По экспериментальным данным проводят прямую, стараясь максимально приблизить ее ко всем точкам. (Чтобы точнее провести прямую, можно воспользоваться методом наименьших квадратов [3, 4]). Постоянную распада λ определяют для трех пар точек, произвольно взятых на прямой.

Таблица I

Определение периода полураспада радиоактивного изотопа

Дата _____ Установка Б-2 № _____ Счетчик Т-25-БФЛ. Рабочее напряжение $V_p =$ _____ вольт.

Иследуемый препарат на позиции № _____ $k = 64$. Фон $N_{\phi} =$ _____ имп/мин

№ п/п измерения	Астрономическое время начала экспозиции	Относительное время начала экспозиции t	Время экспозиции Δt , мин.	Общее число отсчетов		Скорость счета N имп/мин	С учетом поправки на мертвое время N_0 имп/мин	С учетом фона $N_{\text{пр}} = N_0 - N_{\phi}$ имп/мин	$\lg N_{\text{пр}}$	Статистическая ошибка $D_{\text{пр}} = \sqrt{N + \frac{N_{\phi}}{\Delta t}}$
				а (в)	и (имп.)					
1	10 ч. 20 м.	0	5							
2	10 ч. 40 м.	20 мин.	»							
3	11 ч. 00 м.	40 мин.	»							
4										
5										
6										
7										
8										

ном графике (см. рис. 29), пользуясь формулой (15). Затем определяют среднее значение $\lambda_{\text{ср}}$ и, наконец, период полураспада из соотношения: $T_{1/2} = \frac{0,693}{\lambda_{\text{ср}}}$.

Найденные значения $\lambda_{\text{ср}}$ и $T_{1/2}$ записывают под таблицей и на графике.

Для проверки правильности расчетов можно грубо определить период полураспада $T_{1/2}$, отложив от начальной точки на оси ординат отрезок, равный $\lg 2 = 0,301$, и проектируя его на ось t .

По величине периода полураспада определить, какой изотоп был взят для работы.

Упражнение 2

Задача по определению поправок на радиоактивный распад

Исходный раствор, содержащий меченый фосфат, был внесен в вегетационный сосуд, в котором производился опыт с растением, выращенным в условиях водной культуры. Перед внесением радиоактивного раствора в питательную смесь было установлено (путем измерения активности стандартной навески сухого растительного вещества, содержащего этот меченый фосфор), что 1 мг P_2O_5 используемого фосфата соответствует скорости счета $N_0 = 10000$ импульсов в минуту при строго определенном положении препарата относительно счетчика. Это измерение было проведено 1 апреля в 8 час. утра.

19 апреля в 8 час. утра были взяты пробы и оказалось, что навески в 0,1 г сухого вещества, измеренные в тех же условиях, дают скорость счета (сверх фона) соответственно: стебли — 320 имп/мин, листья — 520 имп/мин, завязи и цветы — 1120 имп/мин, корни — 800 имп/мин.

29 апреля в 22 часа 24 минуты были исследованы плоды, причем скорость счета при измерении такой же навески сухого вещества составляла 1000 имп/мин.

Сколько миллиграммов P_2O_5 поступило в 1 г перечисленных органов растения к моменту их исследования?

Указание. При решении задачи нужно пользоваться таблицами функции e^x . Период полураспада P^{32} равен 14,3 дня.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Метод меченых атомов в биологии» под редакцией А. М. Кузина, Издание Московского университета, 1955 г.
 2. С. М. Райский и В. Ф. Смирнов, «Физические основы метода радиоактивных индикаторов» ГИТТЛ, Москва, 1956.
 3. И. Н. Бронштейн и К. А. Семендяев, «Справочник по математике», стр. 513. ГИТТЛ, Москва—Ленинград, 1945.
 4. Г. Фридлендер и Дж. Кеннеди, Введение в радиохимию, главы I, V. ИЛ, Москва, 1952.
-

РАБОТА № 9
ИЗУЧЕНИЕ ПОГЛОЩЕНИЯ БЕТА-ЧАСТИЦ
В ВЕЩЕСТВЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ ПОГЛОЩЕНИЯ
БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ P^{32} И S^{35}

Введение. В биологических и сельскохозяйственных исследованиях с применением радиоактивных изотопов широко используются бета- и гамма-излучения и значительно реже — альфа-излучение. Это объясняется как отсутствием альфа-радиоактивных изотопов у большинства биологически важных химических элементов, так и малой проникающей способностью альфа-частиц, что затрудняет их регистрацию.

Радиоизотопы, испускающие бета-частицы, могут быть получены искусственно (в ядерных реакторах или на ускорителях заряженных частиц) почти для всех химических элементов, играющих существенную роль в жизни растений и животных, в том числе для водорода (H^3), углерода (C^{14}), натрия (Na^{24}), калия (K^{42}), фосфора (P^{32}), серы (S^{35}), кальция (Ca^{45}) и т. д.

Бета-активные изотопы применяются преимущественно в методе меченых атомов, как индикаторы, позволяющие следить за «судьбой» изучаемых химических элементов и их соединений. Они также используются на практике в качестве источников излучений в методах, основанных на взаимодействии бета-частиц с веществом.

Гамма-излучение, сопровождающее альфа- или бета-распад большинства радиоактивных изотопов, благодаря своей большой проникающей способности используется в методах бесконтактного определения толщины, плотности, неоднородностей и других качеств промышленных и сельскохозяйственных объектов, а также, наряду с нейтронами, — для лучевого воздействия на организм (радиационная генетика и селекция, стерилизация продуктов, борьба с вредителями с.-х. культур и т. д.).

В данном практикуме по радиометрии основное внимание уделяется изучению свойств бета-излучения, взаимодействия бета-частиц с веществом и особенностей их регистрации. Гамма-излучение и методы его измерения рассматриваются кратко при изучении детекторов гамма-лучей (работы № 4 и № 14), а также в работах по дозиметрии. Лабораторные работы, посвященные изучению свойств альфа-частиц и их регистрации, в настоящем практикуме отсутствуют и лишь там, где это необходимо, вопросы альфа-радиометрии рассматриваются в связи с изучением способов измерения бета- и гамма-лучей.

Работы № 9 и № 10 посвящены изучению поглощения в веществе бета-излучения различных радиоизотопов, знакомят с приемами определения максимальной энергии β -спектров и идентификацией изотопов, а также со способами введения поправки на поглощение при измерениях активности препаратов.

Энергия бета-частиц.

Бета-излучение представляет собой поток испускаемых ядрами электронов (β^-) или позитронов (β^+), которые рождаются в процессе ядерных превращений. Важнейшая особенность бета-излучения в отличие от альфа-частиц и гамма-квантов состоит в том, что бета-частицы, излучаемые ядрами атомов данного радиоактивного изотопа, всегда имеют непрерывный энергетический спектр, в котором представлены частицы, обладающие всевозможными значениями кинетической энергии от нуля до некоторой максимальной величины.

На рис. 31 приведено типичное распределение бета-частиц по энергиям (бета-спектр). По горизонтальной оси отложена величина энергии E , а по вертикальной—число бета-частиц $N(E)$, имеющих данную энергию. Значение максимальной энергии $E_{\text{макс}}$ является характерной константой каждого радиоактивного изотопа; эта величина обычно приводится в таблицах. Для известных источников бета-частиц величина $E_{\text{макс}}$ варьирует в широких пределах—от 15 кэв до 15 мэв. Средняя энергия β -частиц $E_{\text{ср}}$ приблизительно

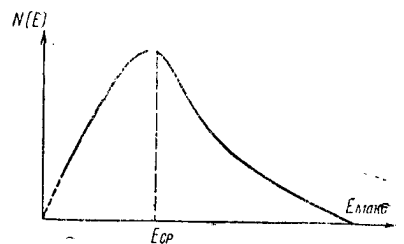


Рис. 31. Бета-спектр. По оси абсцисс—энергия бета-частиц, по оси ординат—число частиц данной энергии.

равна $\frac{1}{3} E_{\text{макс}}$ и колеблется от $0,25 E_{\text{макс}}$ до $0,45 E_{\text{макс}}$ для разных изотопов. В дальнейшем максимальную энергию будем обозначать символом E_m .

Непрерывность бета-спектра объясняется в теории бета-распада тем, что одновременно с бета-частицей из распадающегося ядра вылетает другая частица, не имеющая заряда и обладающая ничтожной массой. Эта гипотетическая частица, обеспечивающая выполнение фундаментальных законов сохранения энергии и импульса в бета-распаде, получила название нейтрино (ν), а ее существование доказано посредством косвенных экспериментов. Энергия распада распределяется между бета-частицей и нейтрино случайным образом, но всегда так, что сумма энергий обеих частиц постоянна. Например, если вся энергия распада приходится на нейтрино, то бета-частица будет обладать нулевой энергией, и, наоборот, бета-частица с максимальной энергией E_m уносит всю энергию распада. Поэтому величина максимальной энергии бета-спектра характеризует данный радиоактивный изотоп и может служить основанием для его идентификации. Значения максимальной энергии для некоторых радиоактивных изотопов приводятся в таблице 1.

Таблица 1

Максимальные энергии бета-спектров некоторых радиоактивных изотопов

Изотоп	H ³	C ¹⁴	Na ²⁴	P ³²	S ³⁵	Ca ⁴⁵	Sr ⁹⁰	Y ⁹⁰	Tl ²⁰⁴
E_m (мэв)	0,018	0,155	1,390	1,708	0,169	0,254	0,610	2,27	0,765

Принято условно называть бета-излучение со значением $E_m < 0,5$ мэв мягким, а со значением $E_m > 0,5$ мэв — жестким бета-излучением.

Взаимодействие бета-частиц с веществом. Ослабление потока бета-частиц слоем вещества происходит в результате процессов упругого и неупругого рассеяния движущихся электронов. При упругом рассеянии общая кинетическая энергия взаимодействующих частиц не изменяется, — меняется лишь направление их движения. Основную роль в упругом рассеянии бета-частиц играет рассеяние на атомных ядрах, хотя электроны могут рассеиваться упруго также и на электронах атомных оболочек.

Вследствие малой массы электронов, они часто отклоняются на большие углы. В среднем отклонение, которое испы-

тывает электрон тем больше, чем выше порядковый номер Z вещества и меньше энергия электрона. Чтобы снизить эффекты рассеяния при регистрации излучения, внутренние стенки счетного домика изготавливаются из легких материалов, обычно из плексигласа или алюминия. Если параллельный пучок электронов, имеющих одинаковую энергию (моноэнергетические электроны), падает на поглотитель, то вследствие упругого рассеяния параллельность пучка нарушается, а длины пробегов электронов в поглотителе оказываются весьма различными. Это в еще большей степени относится к бета-частицам, имеющим непрерывный спектр энергии. Бета-частицы проходят в веществе сложные извилистые пути и пробегают расстояния, в несколько раз превышающие толщину слоя вещества.

Существенную роль в поглощении бета-частиц играет неупругое рассеяние на орбитальных электронах атомов среды. При этом происходит передача энергии орбитальному электрону, что ведет к ионизации или возбуждению атома. В области энергий электронов порядка 10^4 — 10^6 эв вероятность ионизации или возбуждения атомов и молекул среды значительно превосходит вероятность упругих столкновений (примерно 95% и 5%). Поэтому **ионизирующее** действие бета-частиц является наиболее важным для изучения их взаимодействия с веществом. Проходя через слой поглотителя, бета-частицы растрачивают свою энергию на ионизацию и возбуждение встречных атомов и молекул, причем средняя потеря энергии бета-частицы при образовании пары ионов в воздухе составляет ≈ 33 эв. Таким образом, на 1 мэв поглощенной энергии в воздухе образуется около 30 000 пар ионов.

Число пар ионов, образуемых ионизирующей частицей на сантиметре пути в воздухе при нормальных условиях, называется **удельной ионизацией**. Величина удельной ионизации зависит от скорости частицы и ее заряда Z . При одной и той же энергии удельная ионизация из-за различия в скоростях будет для электронов во много раз меньше, чем для альфа-частиц и протонов. Для энергий порядка нескольких мэв удельная ионизация, создаваемая электроном, примерно в 1000 раз меньше, чем создаваемая альфа-частицей. В области малых значений энергии (до 1 мэв) удельная ионизация, вызываемая электроном, приблизительно обратно пропорциональна квадрату скорости. Например, при скорости $v=0,4 \cdot c$ (c —скорость света) и, соответственно, энергии $E=0,046$ мэв

электрон образует около 250 пар ионов на 1 см пути в воздухе, а при $v=0,95$ с ($E \approx 1,1$ мэв) число пар ионов падает до 45. Таким образом, с увеличением энергии уменьшается ионизирующее действие бета-излучения и, следовательно, возрастает его проникающая способность. Однако для бета-частиц большой энергии (>1 мэв) величина удельной ионизации начинает медленно возрастать с увеличением энергии частиц.

Потери энергии первичных электронов на ионизацию и возбуждение атомов среды называются обычно **ионизационными**. Ионизационные потери приблизительно пропорциональны $\frac{nZ}{v^2}$, где n —число атомов вещества поглотителя в 1 см³, Z —порядковый номер поглотителя, v —скорость электрона (бета-частицы). Так как число атомов в единице объема равно

$$n = \rho \frac{6,02 \cdot 10^{23}}{A},$$

где A —атомный вес, ρ —плотность поглотителя в г/см³, $6,02 \cdot 10^{23}$ —число Авогадро, то энергия, теряемая бета-частицами на ионизацию в слое вещества толщиной x см, пропорциональна $\frac{1}{v^2} \frac{Z}{A} \cdot \rho x$. При изменении Z отношение $\frac{Z}{A}$ изменяется в пределах от 0,5 для легких веществ до 0,4 для свинца, что позволяет приблизительно считать это отношение постоянным. Поэтому, если выражать толщину поглощающего слоя не в линейных единицах (см), а в единицах ρx (г/см², мг/см²), то потери энергии (и, следовательно, поглощение бета-излучения) будут приблизительно одинаковыми для различных веществ. Иными словами, поглощение бета-частиц с данным значением $E_{\text{макс}}$ определяется массой вещества, приходящейся на 1 см² поверхности поглотителя. Эта величина $d = \frac{m}{S} = \rho x$ (m —масса в г, S —площадь поглотителя в см²) часто называется **поверхностной плотностью** вещества и широко применяется в прикладной ядерной физике. Мы уже сталкивались с этим понятием при изучении счетчиков разных типов (работа № 4), толщина стенок которых выражается в единицах поверхностной плотности (мг/см²), что позволяет непосредственно оценивать их «прозрачность» по отношению к данному излучению.

Для иллюстрации удобства этого способа выражения толщины поглотителя укажем, что бета-излучение радиофосфора

P^{32} полностью поглощается в 620 см воздуха, около 8 мм воды, 3 мм алюминия и 0,75 мм свинца. Если выразить указанные толщины для разных веществ в единицах поверхностной плотности d , то мы получим приблизительно одну и ту же величину 780—800 мг/см², которая и характеризует максимальный пробег (см. ниже) бета-частиц радиофосфора в любом веществе.

Третьим процессом взаимодействия быстрых электронов с веществом является неупругое рассеяние их на ядрах атомов. При торможении электронов в кулоновском поле атомных ядер возникает так называемое тормозное рентгеновское излучение с максимальной энергией, равной максимальной энергии бета-частиц. Эти потери энергии, называемые **радиационными**, пропорциональны квадрату атомного номера (Z^2) вещества, в котором движется бета-частица. Поэтому интенсивность тормозного излучения в тяжелых веществах, например, в свинце, гораздо больше, чем в легких (в воздухе или в алюминии). В свинце радиационные потери сравнимы с ионизационными лишь при энергиях электронов порядка 10 мэв, в то время как в легких веществах при обычных энергиях бета-частиц эти потери несущественны.

Ослабление бета-лучей при прохождении через вещество обуславливается всеми тремя механизмами взаимодействия, однако ионизационные потери при этом имеют доминирующее значение.

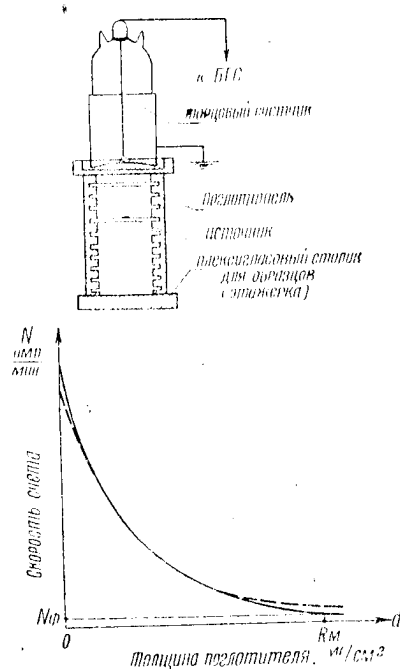


Рис. 32. Схема опыта (вверху) и примерная кривая поглощения бета-частиц радиоактивного изотопа (внизу).
Пунктирная кривая—экспонента.

Поглощение бета-частиц. Если радиоактивный препарат, испускающий бета-частицы, установить на некотором расстоянии от счетчика Гейгера-Мюллера, а между препаратом и счетчиком помещать поглощающие фильтры различной толщины d , то измеряя при помощи счетчика соответствующие скорости счета N_d , можно построить кривую, связывающую число частиц, прошедших через поглотитель, с толщиной поглотителя. На рис. 32 изображена не требующая пояснений схема опыта для снятия кривой поглощения бета-частиц.

Внизу рис. 32 приведена типичная кривая поглощения бета-излучения радиоактивного изотопа — по оси абсцисс отложена толщина поглощения d в мг/см^2 , по оси ординат — скорость счета, измеренная при данной толщине, N *имп/мин*. Экспериментальная кривая (сплошная линия на рис. 32) хорошо совпадает с кривой, соответствующей экспоненциальной функции (пунктирная кривая), в области средних значений толщины поглотителя.

Таким образом, кривая поглощения бета-частиц с непрерывным бета-спектром приближенно может быть описана следующей эмпирической формулой, иногда называемой законом поглощения:

$$N_d = N_0 e^{-\mu d}, \quad (1)$$

где N_0 и N_d — скорости счета, соответствующие числу бета-частиц, падающих на поглотитель и прошедших через него, а μ — константа, называемая **коэффициентом поглощения**.

Строго говоря, в уравнении (1) вместо N_d и N_0 следует брать соответствующие скорости счета, исправленные на мертвое время и фон счетчика, которые мы обозначали ранее, как $N_{пр}$. Для упрощения записи в дальнейшем эту величину будем обозначать через J . Следовательно, J — это «истинная» скорость счета — число β -частиц, попадающих в счетчик в 1 минуту.

Таким образом, закон поглощения (1) будет иметь следующий вид:

$$J_d = J_0 e^{-\mu d} \quad (1')$$

При очень малых и больших значениях d наблюдается заметное отступление от экспоненциального закона. Такая закономерность имеет место для большинства бета-спектров.

Коэффициент поглощения μ характеризует поглощение бета-излучения данного радиоактивного изотопа и зависит от

максимальной энергии бета-спектра. Однако понятие коэффициента поглощения оправдано лишь для интервала толщин поглотителя, в котором справедлив экспоненциальный закон (1)—см. рис. 32.

Если толщина поглотителя x выражена в сантиметрах, то μ выражается в обратных единицах (см^{-1}) и называется линейным коэффициентом поглощения. В этом случае коэффициент $\mu_{\text{лин}}$ различен для веществ с разной плотностью ρ .

Опыт показывает, что отношение $\mu_{\text{лин}}$ к плотности ρ почти не зависит от природы поглотителя. Величина $\mu_{\text{масс}} = \frac{\mu_{\text{лин}}}{\rho}$ называется массовым коэффициентом поглощения и имеет размерность [$\text{см}^2/\text{г}$, $\text{см}^2/\text{мг}$]. Выражая толщину поглощающего слоя d в единицах поверхностной плотности [$\text{г}/\text{см}^2$, $\text{мг}/\text{см}^2$], мы характеризуем закон поглощения (1) при помощи $\mu_{\text{масс}}$. Значения $\mu_{\text{масс}}$ иногда указываются в таблицах изотопов, однако данные разных авторов не всегда совпадают, что связано с различием в геометрических и других условиях опыта, влияющих на ход поглощения.

С коэффициентом поглощения μ связана другая характеристика бета-спектра— **толщина половинного поглощения** $d_{1/2}$, которая определяется как толщина, ослабляющая вдвое интенсивность начального потока бета-частиц.

По аналогии с периодом полураспада $T_{1/2}$ (см. работу № 8) величина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$ соответствует абсциссе, при которой ордината (скорость счета) уменьшается вдвое. Зная толщину полупоглощения $d_{1/2}$ [$\text{г}/\text{см}^2$, $\text{мг}/\text{см}^2$], можно рассчитать значение массового коэффициента поглощения:

$$\mu \left[\frac{\text{см}^2}{\text{г}} \right] = \frac{\ln 2}{d_{1/2}} = \frac{0,693}{d_{1/2}} \quad (2)$$

$$\text{и, наоборот, } d_{1/2} = \frac{0,693}{\mu}. \quad (3)$$

Толщина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$, так же как и коэффициент поглощения μ , зависит от энергии бета-спектра. На рис. 33 приведена эта зависимость. По оси абсцисс отложена максимальная энергия $E_{\text{м}}$ в мэв , по оси ординат— $d_{1/2}$ в $\text{мг}/\text{см}^2$. Определив на опыте толщину фильтра, снижающего скорость счета вдвое— $d_{1/2}$, и пользуясь указанным графиком, можно найти максимальную энергию бета-излучения исследу-

дуремого изотопа; и, наоборот, для известного радионизотопа по значению E_M находят толщину слоя вещества, ослабляющую вдвое интенсивность бета-излучения.

В таблице 2 (стр. 32) даны значения μ и $d_{1/2}$ для некоторых радиоактивных изотопов, испускающих бета-излучение. Например, толщина половинного поглощения для C^{14} составляет 2,7 мг/см². Отсюда следует, что если слюда торцового счетчика имеет толщину больше 2,7 мг/см², то в счетчик проникнет менее половины бета-частиц радиоуглерода, падающих на слюдяное окошко. Поэтому для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение (S^{35} , C^{14} и др.) следует применять торцовые счетчики с толщиной окна $\approx 1-2$ мг/см².

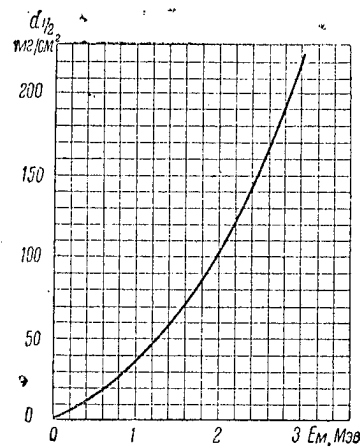


Рис. 33. Зависимость толщины половинного поглощения $d_{1/2}$ от максимальной энергии β -спектра E_M .

Хотя экспоненциальный закон поглощения (1') справедлив в ограниченной области (рис. 32) толщин, все же для опытного определения μ и $d_{1/2}$ можно воспользоваться этой зависимостью. Помещая непосредственно перед окошком счетчика поглотитель (например, листочки алюминиевой фольги) возрастающей толщины, получают начальный участок кривой поглощения. Даже в отсутствие фильтра часть бета-излучения поглощается в окошке счетчика и в воздухе — поэтому отклонение начального участка кривой от экспоненты обычно ускользает от наблюдения,

и первые экспериментальные точки уже удовлетворительно ложатся на экспоненциальную кривую. Измерения $\ln J$ вместо $\ln J_0$ целесообразно в 8—10 раз, после чего обычно наступает отклонение от экспоненты в сторону оси абсцисс. Полученные результаты удобно изобразить графически в полулогарифмическом масштабе, откладывая по горизонтальной оси толщину поглотителя d (мг/см²), а по вертикальной — логарифм скорости счета, исправленной на мертвое время и фон счетчика — $\lg J$. В таком масштабе для простого бета-спектра должна получиться линия, близкая к прямой. Примерный график кривой поглоще-

ния в полулогарифмическом масштабе изображен на рис. 34. Взяв любые две точки на среднем участке построенной прямой, можно определить коэффициент поглощения μ как тангенс угла наклона прямой по формуле:

$$\mu = 2,3 \frac{\lg J_1 - \lg J_2}{d_2 - d_1} \left[\frac{\text{см}^2}{\text{мг}} \right] \quad (4)$$

а затем и толщину полупоглощения $d_{1/2}$ — по соотношению (3).

Для различных бета-активных изотопов прямые, полученные в полулогарифмическом масштабе, имеют разный наклон (разный μ). Если регистрируется бета-излучение смеси двух

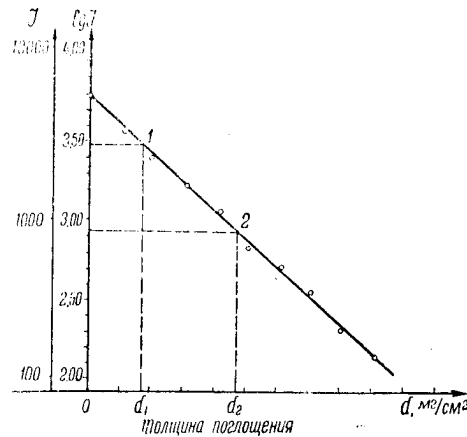


Рис. 34. Экспериментальный график ослабления бета-излучения, построенный в полулогарифмическом масштабе. По вертикали для наглядности даны две шкалы — $\lg J$ и J .

радиоизотопов, то имеет место сложная кривая, аналогичная графику, изображенному на рис. 30 (см. работу № 8). Анализ такой кривой поглощения и разделение компонент менее оправданы, чем в аналогичном случае для периодов полураспада; иногда этим приемом все же пользуются, если бета-спектры радиоизотопов резко отличаются по энергии.

Следует еще раз подчеркнуть, что закон поглощения (1') является лишь весьма грубым приближением, а кривая поглощения, построенная в полулогарифмических координатах, в интервале больших толщин резко отклоняется от прямой вниз. На рис. 35 это отклонение показано пунктирной кривой.

которая получается после вычитания фона из общей скорости счета. Сплошная кривая на рис. 35 построена без учета поправки на фон. Отклонение от экспоненты в области малых толщин—более тонкий эффект и его можно обнаружить, лишь применяя счетчики с особо тонким окошком, счетчики «без окна», работающие в проточном режиме (см. работу № 12) и 4π-счетчики (см. работу № 13).

Автором в Биофизической лаборатории ТСХА в 1955 году были сняты кривые поглощения бета-излучения C^{14} , S^{35} , Ca^{45} ,

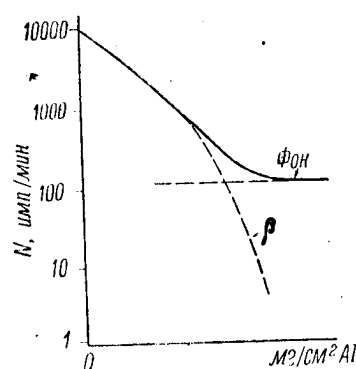


Рис. 35. Полулогарифмическая кривая ослабления бета-излучения в алюминии. Сплошная кривая построена для скорости счета N без вычитания фона. Пунктирная кривая (β) — для исправленной скорости счета J .

и др. изотопов, причем применяемые счетчики позволили довести начальный участок кривой поглощения до значений эффективной толщины $d_{эфф} = 0,38$ мг/см² (эффективная толщина учитывает телесный угол, в который направлено бета-излучение, регистрируемое счетчиком). Точка, отвечающая нулевой толщине поглощающего вещества, была получена при помощи 4π-счетчика с внутренним введением образца. На рис. 36 представлена кривая поглощения (прохождения) бета-излучения C^{14} , полученная при помощи этой методики. Начальный участок кривой поглощения (сплошная линия), построенной в полулогарифмическом масштабе, заметно отклоняется вверх от прямой (пунктирная линия), соответствующей экспоненциальной зависимости. Этот факт имеет большое значение при определении абсолютной активности при помощи торцового счетчика (см. работу № 13), так как полученные данные свидетельствуют о том, что потерю бета-частиц в воздухе и окошке счетчика нельзя полностью учесть, пользуясь экспоненциальным законом. Аналогичные кривые были получены и для других изотопов. Методика и результаты этой работы опубликованы [2].

Поскольку кривая поглощения в полулогарифмическом масштабе, вообще говоря, не прямолинейна, толщина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$ различна на разной глубине поглотителя. Это относится и к μ . Тем не менее всегда имеется интервал толщин (приблизительно $0,05 R_M < d < 0,35 R_M$), на

котором полулогарифмическая кривая поглощения представляет прямую линию, что дает возможность определить μ и $d_{1/2}$ способом, рассмотренным выше (формула 4).

В упражнениях 1 и 2 настоящей работы этим методом изучается поглощение бета-излучения P^{32} и S^{35} .

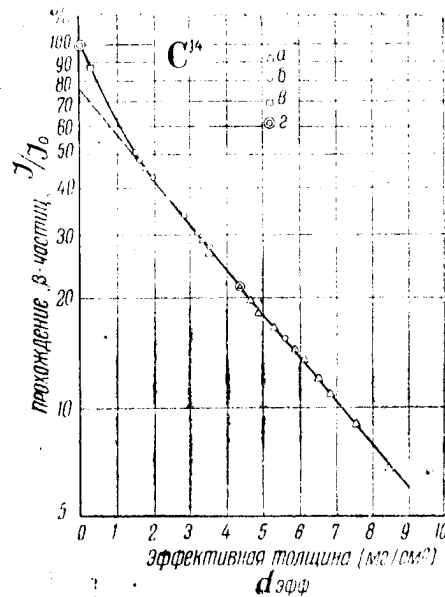


Рис. 36. Кривая ослабления бета-излучения C^{14} в области малых толщин поглощающего вещества. Экспериментальные точки: а — воздух и слюдяные поглотители (торцовый счетчик); б — гелий и слюдяные поглотители (проточный счетчик, с открытым окном); в — гелий без поглотителей; г — 4л-счетчик.

Отметим также, что название «кривая поглощения», часто встречающееся в литературе, не совсем точно отражает сущность исследуемой зависимости, так как мы имеем дело не с поглощенным, а с проникающим излучением. Поэтому правильное было бы говорить о кривых прохождения или кривых ослабления, учитывая, что последний термин подразумевает и эффекты упругого рассеяния.

Таблица 2

Характеристики бета-излучения некоторых радиоактивных изотопов

Символ изотопа	Период полураспада $T_{1/2}$	Максимальная энергия β -спектра E_m , МэВ	Толщина полупогло- щения $d_{1/2}$, мг/см ²	Коэффици- ент погло- щения μ , см ² /мг	Максималь- ный пробег в веществ- е R_m , мг/см ²
$^1_1\text{H}^3$	12,4г	0,018	0,28	—	0,62
$^{14}_6\text{C}^{14}$	5720л	0,155	2,7	0,26	20
$^{24}_{11}\text{Na}^{24}$	15,1ч	1,39	78	0,009	600
$^{32}_{15}\text{P}^{32}$	14,3д	1,708	115	0,006	780
$^{35}_{16}\text{S}^{35}$	87,1д	0,169	3,0	0,23	21
$^{45}_{20}\text{Ca}^{45}$	163д	0,254	5,5	0,126	57
$^{60}_{27}\text{Co}^{60}$	5,3г	0,306	7,3	0,095	80
$^{89}_{38}\text{Sr}^{89}$	54,5д	1,46	81	0,0085	660
$^{90}_{38}\text{Sr}^{90}$	~ 28л	0,61	22	—	180
$^{90}_{39}\text{Y}^{90}$	2,54д	2,27	150	—	1100
$^{185}_{74}\text{W}^{185}$	73,2д	0,43	11	0,063	120
$^{204}_{81}\text{Tl}^{204}$	2,7г	0,765	30	0,023	280

Данные, приведенные в таблице 2, нельзя рассматривать как окончательные и строго определенные. Даже значения периодов полураспада $T_{1/2}$ для некоторых изотопов (Sr^{90} , Tl^{204} и др.) до сих пор точно не установлены [3]. Что касается коэффициентов поглощения μ и толщин полупоглощения $d_{1/2}$, то указанные значения следует считать весьма относительными в силу упомянутых выше причин, которые связаны с условиями эксперимента. Поэтому, если возникает необходимость определения этих параметров бета-излучения, следует отдать предпочтение прямому эксперименту в данных конкретных условиях, имея в виду, что табличные значения могут служить лишь для ориентировки.

Данные по максимальным пробегам R_m более достоверны, однако и в этом случае ошибка может быть значительной. Значения максимальной энергии E_m обычно находятся по максимальным пробегам R_m при помощи эмпирических формул

(см. ниже), точность которых не лучше 5%. В связи с этим сведения о максимальных энергиях бета-излучения радиоизотопов, сообщаемые в литературе, нередко расходятся.

Дополнительно укажем эмпирически найденную зависимость между массовым коэффициентом поглощения $\mu \left(\frac{\text{см}^2}{\text{г}} \right)$ и максимальной энергией бета-спектра E_m (мэв):

$$\mu = 22 \cdot E_m^{-1,33} \text{ при } E_m > 0,5 \text{ мэв} \quad (5)$$

Все сказанное выше справедливо и для позитронов. Надо заметить, что проникающая способность позитронов несколько отличается от проникающей способности электронов такой же энергии из-за того, что они по-разному рассеиваются при прохождении через электронную оболочку атомов среды. Однако различие не является особо существенным.

Поправка на поглощение. Изучая свойства бета-излучения и взаимодействие бета-частиц с веществом, мы не должны забывать, что основной задачей радиометрии является измерение активности радиоактивных препаратов. Имея перед собой эту цель, рассмотрим как влияет поглощение бета-частиц в веществе на результаты измерения активности при помощи газоразрядных счетчиков.

В описании работы № 6 (см. Радиометрия, ч. I) указывалось, что при любых измерениях со счетчиками существенное влияние оказывают десять факторов; некоторые из них были рассмотрены в соответствующих работах. Действие шестого фактора—поглощения бета-излучения в воздухе и стенке счетчика может быть учтено путем введения в результаты измерений поправки на поглощение, если принять, что для простого бета-спектра поглощение происходит по экспоненциальному закону (1').

Таким образом, поправка на поглощение определяется по формуле:

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu_{\text{масс}} z} \quad (6)$$

Здесь J и J_0 регистрируемая и искомая скорости счета, исправленные на мертвое время и фон. В толщину z входят выраженные в единицах поверхностной плотности толщина слоя воздуха $d_{\text{возд}}$ между препаратом и окном счетчика и толщина окна (стенки) счетчика $d_{\text{ст}}$. Следовательно,

$$z \left(\frac{\text{мг}}{\text{см}^2} \right) = x_{\text{возд}} \cdot \rho_{\text{возд}} + x_{\text{ст}} \cdot \rho_{\text{ст}} \quad (7)$$

Обычно толщина слюды торцового счетчика или катода цилиндрического счетчика указываются в паспорте счетчика непосредственно в массовых единицах (например, для счетчиков Т-25-БФЛ $d_{ст} = 1-2$ мг/см²). Поэтому, для определения z необходимо лишь измерить расстояние препарата от счетчика, $x_{возд}$.

$$z = 1,29 \cdot x_{возд} + d_{ст} \quad (7')$$

(Плотность воздуха при нормальных условиях $\rho_{возд} = 1,29$ мг/см³).

Строго говоря, вместо z следует брать $z_{эфф}$ — эффективную толщину суммарного поглощающего слоя, которая учитывает, что бета-частицы попадают в счетчик под различными углами и, следовательно, проходят слои поглотителя, большие его толщины z . Для длинного цилиндрического счетчика эффективная толщина в обычных условиях измерений примерно равна $z_{эфф} = 2z$; в случае торцового счетчика $z_{эфф}$ зависит от относительного телесного угла — геометрического фактора η (см. работу № 6) и возрастает с увеличением η . Таблица 3 иллюстрирует зависимость эффективной толщины поглощающего слоя от геометрического фактора при измерениях на торцовом счетчике.

Таблица 3

Зависимость отношения $\frac{z_{эфф}}{z}$ от геометрического фактора η (см. [1] стр. 85)

Геометрический фактор η	$\frac{z_{эфф}}{z}$
0,05	1,05
0,1	1,12
0,15	1,18
0,2	1,27
0,25	1,37

Итак, для определения поправки на поглощение необходимо найти z по формулам (7) или (7'); затем, пользуясь таблицей 3 или графиком в книге [1] на стр. 85, определить $z_{эфф}$ и подставить его значение в формулу:

$$K_{погл} = e^{-\mu_{масс} z_{эфф}} \quad (8)$$

Коэффициент поглощения $\mu_{\text{масс}}$ находится из таблиц или определяется экспериментально по кривой поглощения.

Если вместо $\mu_{\text{масс}}$ пользоваться значением толщины половинного поглощения $d_{1/2}$, то формула (8) принимает следующий вид:

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = 2^{-\frac{z_{\text{эфф}}}{d_{1/2}}} \quad (9)$$

Поскольку экспоненциальный закон поглощения выполняется не точно (а для сложных бета-спектров он совсем не соблюдается), поправку на поглощение иногда определяют опытным путем. Для этого снимают несколько точек кривой поглощения (начальный участок) и строят в полулогарифмическом масштабе график, как показано на рис. 34. Затем на оси абсцисс влево от начала координат откладывают в выбранном масштабе величину $z_{\text{эфф}}$ и через эту точку проводят прямую, параллельную оси ординат. После этого полулогарифмическую кривую поглощения экстраполируют (продолжают) до пересечения с построенной прямой. Точка, полученная на новой оси ординат, и будет отвечать логарифму истинной скорости счета, $\lg J_0$. Коэффициент $K_{\text{погл}}$ определяется как отношение скорости счета без дополнительных поглотителей J_z к экстраполированному значению скорости счета при нулевой толщине поглотителя J_0 :

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0}$$

Как указывалось выше (см. рис. 36), такой способ экстраполяции не всегда оправдан (особенно для мягких бета-излучений), ибо ход кривой поглощения в очень тонких первых слоях поглотителя может существенно отличаться от ее дальнейшего хода.

При относительных измерениях активности, когда сравниваются скорости счета серии образцов, содержащих один и тот же изотоп, поправку на поглощение в воздухе и стенке счетчика следует вводить лишь в случае, если нарушается стандартизация условий измерения (меняется расстояние, телесный угол и т. п.). Однако, если результаты измерения характеризуют, например, степень поступления радиоизотопа в тот или другой орган растения или животного, то для правильной интерпретации данных следует обязательно ввести поправку на поглощение, особенно в случае мягкого бета-излучения (C^{14} , S^{35} , Ca^{45} и др.).

При абсолютных измерениях поправка на поглощение является одной из наиболее существенных поправок.

Принадлежности:

1. Установка типа Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Радиоактивные препараты: P^{32} на слюде, S^{35} (C^{14}) на слюде, эталон U^{238} .
4. Набор алюминиевых поглотителей—10 шт.
5. Набор слюдяных пластинок толщиной от 2 до 12 мг/см².
6. Миллиметровая бумага, таблицы логарифмов, таблицы функции e^x и e^{-x} .

Упражнение 1

Снятие кривой поглощения бета-излучения изотопа P^{32} в алюминии. Определение $\mu_{\text{масс}}$ и $d_{1/2}$.

Порядок выполнения упражнения следующий.

После включения, прогрева и проверки работы установки Б-2 измеряют, как всегда, эталон и фон. Фон желательно измерять в течение 10 минут. Результаты измерения фона записывают сверху таблицы 4. Помещают препарат P^{32} (на слюде) на такую позицию этажерки (столика) чтобы скорость счета составляла 6000—8000 *имп/мин*. При соответствующем выборе активности препарата рекомендуется такую скорость счета получать с 6-й позиции. Измеряют скорость счета в отсутствии алюминиевых поглотителей перед окошком счетчика. После этого, помещая алюминиевые пластинки (сначала одну, затем две и т. д.) на 2-ю позицию столика, измеряют соответствующие скорости счета N_d . Толщина каждой пластинки алюминия в этом упражнении составляет 26 мг/см². Если толщина пластинки d (в единицах поверхностной плотности) неизвестна, то ее определяют как частное от деления массы пластинки на ее площадь, $d = \frac{m}{S}$. Опыт заканчивают, когда на 2-й позиции наберется 10 алюминиевых пластинок, т. е. будет использован весь набор поглотителей.

Время отдельных измерений следует выбирать с таким расчетом, чтобы при каждом измерении регистрировалось не менее 2500 импульсов. Это обеспечит точность показаний не хуже 2% (см. работу № 7). Результаты заносят в таблицу 4 по ходу выполнения упражнения. Поправка на мертвое время вводится по таблице поправок или по соответствующей формуле (см. работу № 5).

Таблица 4

Счетчик торцовый Т-25-БФЛ № _____ $d_{ст} = \dots$ мг/см². $V_p = \dots$ вольт. $k=64$ $N_\phi = \dots$ имп/мин.

№ измерения	Толщина алюминия d в мг/см ²	Время измерения t , мин.	Показания э.-м. счетчика a (в)	Число импульсов n имп.	Скорость счета N имп/мин	С учетом поправки на мертвое время N_0	С учетом фона $J = N_0 - N_\phi$	$lg J$
1	0							
2	26							
3	52							
и т. д.	и т. д.							

По данным таблицы 4 строят график, откладывая по горизонтальной оси величину d , а по вертикальной— $lg J$ (рис. 34). По графику определяют массовый коэффициент поглощения $\mu_{масс}$ как угловой коэффициент полученной прямой (см. формулу (4)). Толщина половинного поглощения $d_{1/2}$ находится из соотношения (3).

Упражнение 2

Снятие кривой поглощения бета-излучения S^{35} (или C^{14}) в слюде при помощи торцового счетчика

Для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение, удобнее снимать кривую поглощения при помощи тонких слюдяных пластинок.

Прежде чем приступить к выполнению упражнения, снова измеряют фон в течение 10 минут. Исследуемый препарат устанавливают на 4—6 позицию, добиваясь скорости счета ≈ 6000 имп/мин. Первое измерение проводят без слюдяных фильтров. Затем поочередно на 1-ю позицию столика помещают слюдяные пластинки, последовательно увеличивая их толщину (толщина указана на каждой пластинке). Получают примерно 7—8 экспериментальных точек при толщине слюды от 2 до 12 мг/см². Если в наборе отсутствуют пластинки некоторой толщины в этом интервале, то измерение проводят с двумя или тремя слюдяными пластинками, набирая в сумме

нужную толщину поглотителя. В каждом измерении следует регистрировать не менее 1000 импульсов, что обеспечит статистический разброс $\sim 3\%$.

Полученные данные вносят в таблицу, аналогичную таблице 4 (упр. 1) и строят полулогарифмический график, по которому определяют $\mu_{\text{масс}}$ и $d_{1/2}$. Указанный график для S^{35} (C^{14}) можно построить рядом с графиком для P^{32} . При этом масштаб по оси абсцисс следует растянуть по сравнению с предыдущим графиком, ибо для мягкого бета-излучения мы имеем дело с малыми толщинами поглощения.

Упражнение 3

Определение поправки на поглощение бета-частиц S^{35} (C^{14}) в слое воздуха и окошке счетчика

1. Поправку на поглощение бета-излучения S^{35} (C^{14}) в слое воздуха между препаратом и счетчиком и окошке счетчика $K_{\text{погл}}$ определяют по формуле (8), подставляя в нее полученное значение $\mu_{\text{масс}}$ и $z_{\text{эфф}}$. В указанных в упражнении 2 условиях измерения геометрический фактор не превышает значения 0,05. Поэтому при определении $K_{\text{погл}}$ можно не учитывать отличия отношения $z_{\text{эфф}}/z$ от единицы (см. таблицу 3) и пользоваться формулой

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu_{\text{масс}} z}$$

Полученная величина характеризует ослабление бета-излучения S^{35} (C^{14}) на пути от препарата до чувствительного объема счетчика. Определив $K_{\text{погл}}$, находят J_0 . При вычислениях $K_{\text{погл}}$ нужно пользоваться таблицами функции e^{-x} .

2. Поправку на поглощение определяют методом экстраполяции начального участка полулогарифмического графика к нулевой толщине поглотителя (см. выше, стр. 35). Точка пересечения экстраполированного графика с новой осью ординат дает значение $\lg J_0$. По таблицам антилогарифмов находят величину J_0 и определяют ослабление бета-частиц (поправку на поглощение) как отношение J_z к J_0 , где J_z — скорость счета без дополнительных поглотителей (берется из данных упражнения 2), а J_0 — скорость счета, приведенная к нулю поглощения и полученная путем экстраполяции.

В заключение нужно сравнить значения $K_{\text{погл}}$, полученные тем и другим способами.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Бочкарев, И. Кеирим-Маркус и др. Измерение активности источников бета- и гамма-излучений. Изд-во АН СССР, Москва, 1953.
2. С. П. Целищев и А. О. Фурман. Поглощение бета-излучения в тонких слоях вещества и его роль при абсолютных измерениях бета-активности. Журнал «Известия ТСХА» № 3, 1957.
3. Б. С. Желепов и Л. К. Пекер. Схемы распада радиоактивных ядер. Изд-во АН СССР, Москва—Ленинград, 1958.
4. Н. Г. Гусев. Справочник по радиоактивным излучениям и защите. Медгиз, Москва, 1956.

РАБОТА № 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКСИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ БЕТА-СПЕКТРА МЕТОДОМ ПОЛНОГО ПОГЛОЩЕНИЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИЗОТОПА

Максимальный пробег R_m . Зависимость максимального пробега бета-частиц от энергии E . Важнейшей характеристикой бета-излучения радиоактивного изотопа является величина максимального пробега бета-частиц в веществе.

Из графика рис. 32, а также из рис. 35 видно, что существует некоторая толщина поглотителя R_m , которая полностью задерживает все бета-частицы начального потока. При $d=R_m$ экспериментальная кривая ослабления переходит в прямую, отвечающую постоянному уровню фона счетчика. Эта величина R_m , весьма важная для практической радиометрии, носит название **максимального пробега бета-излучения** в веществе. Поскольку бета-излучение данного радиоизотопа обладает непрерывным энергетическим спектром (см. бета-спектр, рис. 31) с определенным значением E_m , то очевидно максимальный пробег соответствует пробегу в веществе бета-частиц максимальной энергии. Частицы, обладающие меньшей энергией, имеют пробеги меньшие R_m . Наличие толщины полного поглощения бета-частиц является причиной, объясняющей отклонение кривой ослабления от экспоненты на больших толщинах (рис. 32).

Согласно данному определению, максимальный пробег не следует смешивать с длиной истинного пути электрона в веществе, которая из-за многократного рассеяния электрона значительно превышает величину максимального пробега. Пробеги измеряются в единицах толщины поглотителя и имеют размерность $[г/см^2, мг/см^2]$. Как уже указывалось, в этом случае величина пробега мало зависит от природы поглощающего материала, увеличиваясь от алюминия до свинца не более, чем на 20%. Обычно максимальный пробег бета-

частиц выражают толщиной слоя полного поглощения в алюминии R_{Al} . Пользуясь соотношением

$$R_M = R_{Al} \frac{(Z/A)_{Al}}{Z/A}, \quad (1)$$

где Z — атомный номер и A — атомный вес вещества, можно рассчитать толщину слоя полного поглощения в любом веществе.

Между максимальным пробегом и максимальной энергией бета-спектра существует следующая зависимость, справедливая для $E_M > 0,8 \text{ мэв}$:

$$R_M = 0,542 E_M - 0,133, \quad (2)$$

где энергия E_M выражена в миллионах электрон-вольт, а R_M — в г/см^2 Al . Этой формулой с некоторым приближением можно пользоваться не только для алюминия, но и для других поглощителей.

В области энергий меньше $0,8 \text{ мэв}$ можно воспользоваться приближенным эмпирическим соотношением, полученным для алюминия:

$$R_M = 0,407 E_M^{1,38} \quad \text{при } 0,15 \text{ мэв} < E_M < 0,8 \text{ мэв} \quad (3).$$

На рис. 37 изображена зависимость R_M от E_M (кривая пробег — энергия) для более широкого диапазона энергий. По оси абсцисс этого графика отложен пробег в алюминии в мг/см^2 , а по оси ординат — энергия в мэв . При пользовании формулами (1) и (2) и приведенным графиком следует помнить, что величина R_M определяется по ним с точностью до 5—7%. Значения R_M для бета-спектров некоторых изотопов приведены в последнем столбце таблицы 2 (см. работу № 9, стр. 32).

Знание величин максимальных пробегов бета-излучения радиоизотопов позволяет решать ряд практических задач, как то: рациональный выбор типа счетчика частиц, определение предельной толщины изделий, просвечиваемых при помощи бета-частиц, расчет экранов, защищающих от бета-излучений, и т. п.

В таблице 1 представлены выраженные в линейных единицах максимальные пробеги бета-частиц некоторых радиоизотопов в различных средах — воздухе, воде, алюминии и свинце.

Таблица 1

Максимальные пробеги бета-частиц в различных веществах, R_M

Изотоп	Воздух, см	Вода или ткань, мм	Алюминий, мм	Свинец, мм
$^1\text{H}^3$	~ 0,5			
$^6\text{C}^{14}$	16	0,2	0,075	0,02
$^{16}\text{S}^{35}$	17	0,21	0,08	0,02
$^{20}\text{Ca}^{45}$	46	0,6	0,21	0,05
$^{81}\text{Ti}^{204}$	225	2,8	1,00	0,25
$^{38}\text{Sr}^{89}$	530	6,6	2,45	0,6
$^{15}\text{P}^{32}$	620	8,0	3,0	0,75

Эти значения легко получить, взяв из таблицы 2 (раб. № 9, стр. 32) величину R_M (мг/см²) и деля ее на плотность ρ (мг/см³) данного вещества, $R_{\text{см}} = \frac{R \text{ (мг/см}^2\text{)}}{\rho \text{ (мг/см}^3\text{)}}$.

Весьма широко распространены измерения максимального пробега с целью определения максимальной энергии бета-спектра. Нужно отметить, что точные определения максимальных энергий бета-спектров могут быть осуществлены только с помощью бета-спектрометров, но все же в большинстве случаев измерения поглощения являются значительно более удобными.

Точность абсорбционного метода определения E_M ограничивается как ошибками при измерении максимального пробега, так и (главным образом) точностью соотношений, связывающих E_M и R_M . Влияние первой причины в основном объясняется зависимостью измеряемых пробегов (практических пробегов) от начальной интенсивности излучения радиоактивного образца. Действительно, в бета-спектре доля частиц, обладающих максимальной энергией, мала. Поэтому начальная интенсивность бета-излучения препарата определяет в конечном счете абсолютное число бета-частиц с энергией, равной E_M . Чем больше таких частиц испускается препаратом, тем выше точность измерения максимального пробега. На основании сказанного в опытах по определению R_M следует пользоваться высокоактивными препаратами (начальная скорость счета должна быть не менее 8000—10 000 *имп/мин*).

Что касается эмпирических соотношений $R_M = f(E_M)$ или $E_M = f(R_M)$, примерами которых могут служить уравнения (2) и (3), то их справедливость ограничена ошибкой в 5—7%, которая в конце концов и является нижним пределом точности всего метода.

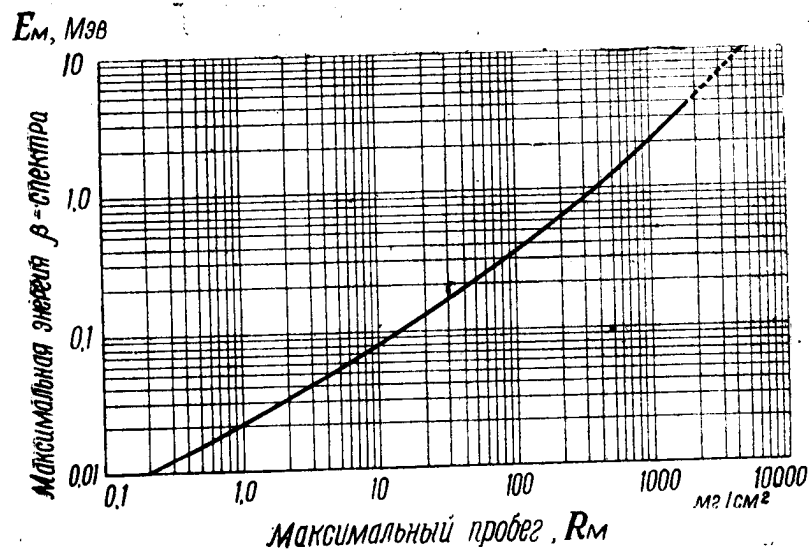


Рис. 37. Зависимость между максимальной энергией и максимальным пробегом β-частиц в алюминии.

Соотношения (2) и (3) могут быть переписаны следующим образом, удобным для практического пользования (значения R_M везде выражены в г/см²):

$$E_M = (1,85R_M + 0,245) \text{ Мэв} \quad (4)$$

для $R_M > 0,3 \text{ г/см}^2$

$$E_M = 1,92R_M^{0,725} \text{ Мэв} \quad (5)$$

для $0,03 < R_M < 0,3 \text{ г/см}^2$

Для бета-спектров с очень малым значением максимальной энергии ($0,03 \text{ Мэв} < E_M < 0,15 \text{ Мэв}$) можно указать приближенное соотношение вида:

$$E_m = (6,67R_m + 0,0186) \text{ мэв}$$

$$\text{для } 0,002 < R_m < 0,020 \text{ г/см}^2 \quad (6)$$

Определение максимального пробега R_m методом полного поглощения. Метод непосредственного измерения максимального пробега по поглощению бета-частиц в веществе весьма прост, но применим лишь в случае чистых бета-излучателей. Допустимый уровень фона ядерного гамма-излучения или тормозного излучения должен составлять менее 0,5% от начальной бета-активности. В противном случае очень трудно определить толщину поглотителя, при которой прекращается регистрация бета-частиц. В качестве поглощающего материала обычно употребляется алюминий, для которого и были найдены соотношения (2—6).

В данном практикуме для абсорбционных измерений используется торцовый счетчик Т-25-БФЛ с тонким окошком.

Точечный источник исследуемого бета-излучения нанесен на тонкую слюдяную пластинку, которая укреплена в плексигласовой кассете и устанавливается на определенную позицию столика для образцов. Расстояние между препаратом и счетчиком обычно не менее 3,0 см. В процессе работы измеряется скорость счета импульсов при различной толщине слоя поглотителя. Последнего достигают, складывая вместе различное число листов алюминиевой фольги и помещая их по возможности ближе к счетчику (на 1-ю или 2-ю позиции). Схема расположения счетчика, источника и поглотителя изображена на рис. 32. По мере увеличения толщины слоя алюминия скорость счета частиц N уменьшается и при больших толщинах d приближается к скорости счета фона N_f . Все измерения проводятся в свинцовом домике, обеспечивающем минимальный уровень фона. По результатам измерений строят график зависимости скорости счета от толщины поглотителя в простом масштабе, $N=f(d)$.

Для определения величины максимального пробега на график наносят прямую, соответствующую постоянному уровню фона, и из точки, в которой эта прямая касается экспериментальной кривой поглощения, опускают перпендикуляр на ось d . Полученный отрезок на оси абсцисс d_m еще не является величиной максимального пробега R_m , поскольку в последнюю также входят толщина слоя воздуха между препаратом и счетчиком и толщина окошка счетчика, $z = x_v \cdot \rho_v + d_{ст}$ (см. работу № 9, формула 7').

Таким образом, толщина поглотителя с учетом указанных поправок будет равна

$$d_{\text{полг}} = d_{\text{м}} + d_{\text{возд}} + d_{\text{ст}} = d_{\text{м}} + z \quad [\text{мг/см}^2] \quad (7)$$

Как упоминалось в предыдущей работе, лишь небольшая доля частиц проходит через поглотитель кратчайшим путем, падая перпендикулярно к его поверхности; пути большинства частиц наклонены. Поэтому следует рассматривать эффективную толщину поглотителя $d_{\text{эфф}}$, которая будет больше, чем $d_{\text{полг}}$, рассчитанная по формуле (7). Отношение $\frac{d_{\text{эфф}}}{d_{\text{полг}}}$ находится по таблице 3 (см. раб. № 9, стр. 34) в зависимости от величины телесного угла η . Для наших условий (6 позиция, $\eta \sim 0,03$) поправка на эффективную толщину поглотителя составляет приблизительно 1,03, так что:

$$d_{\text{эфф}} = 1,03 \cdot d_{\text{полг}} \quad (8)$$

Возможно, что введение поправки на эффективную толщину в этом методе не является строго обязательным, так как величина этой поправки, как правило, лежит в пределах точности абсорбционных измерений.

Наконец, нужно принять во внимание поглощение излучения в толще самого образца, так называемое самопоглощение (подробнее см. работу № 11). При абсорбционных измерениях приближенно принимают, что самопоглощение бета-излучения в препарате конечной толщины ($l_{\text{пр}} \sim d_{1/2}$) таково, как если бы бесконечно тонкий препарат был экранирован слоем поглотителя с толщиной, равной половине толщины самого препарата $\left(\frac{l_{\text{пр}}}{2}\right)$. Если этой величиной нельзя пренебречь, то она прибавляется к эффективной толщине поглотителя $d_{\text{эфф}}$. Однако в большинстве случаев для определения максимального пробега пользуются очень тонкими ($l_{\text{пр}} \ll d_{1/2}$) препаратами и влиянием самопоглощения излучения пренебрегают. Окончательно для толщины полного поглощения имеем:

$$d_{\text{полн}} = d_{\text{эфф}} + \frac{l_{\text{пр}}}{2} \quad (9)$$

Эту величину и принимают за максимальный пробег $R_{\text{м}}$. В условиях данного практикума для определения $R_{\text{м}}$ достаточно воспользоваться формулой:

$$R_M = d_{\text{эф}} = 1,03 \cdot (d_M + z) \text{ мг/см}^2 \quad (10),$$

так как поправка на самопоглощение практически не влияет на результат.

Описанный метод имеет следующий недостаток. Так как число электронов с энергией, близкой к максимальной, невелико (см. рис. 31), а фон счетчика всегда составляет заметную величину, то место пересечения кривой поглощения с уровнем фона (конец) трудно установить с большой точностью. Кроме того, даже при полном поглощении бета-излучения скорость счета оказывается несколько больше, чем фон счетчика, и кривая поглощения вообще не касается горизонтальной прямой N_f , а идет почти параллельно ей. Это вызывается вторичным рентгеновским (тормозным) излучением, возникающим в поглотителе под действием быстрых бета-частиц. Поэтому при определении толщины d_M , поглощающей все бета-излучение, можно допустить произвольную ошибку.

В настоящей работе рекомендуется, последовательно увеличивая число алюминиевых пластинок, снимать кривую поглощения до тех пор, пока не будут получены три повторяющихся результата (в пределах статистических ошибок), т. е. пока не наступит колебание регистрируемой скорости счета около некоторого постоянного значения. Поскольку в ходе работы скорость счета обычно уменьшается на 2—3 порядка, желательно построить два графика $N=f(d)$, изобразив на втором графике только конец кривой в более крупном масштабе. По второму графику и определяется толщина d_M . Если по графику трудно найти эту величину, то можно принять ее как абсциссу второй точки из трех повторяющихся экспериментальных точек.

От найденного по формуле (10) значения R_M переходят к максимальной энергии E_M бета-спектра, воспользовавшись формулами (4), (5) или (6) или графиком, приведенным на рис. 37.

По величине E_M можно идентифицировать неизвестный изотоп, пользуясь таблицей изотопов. При идентификации изотопа рекомендуется дополнительно по первому (общему) экспериментальному графику определить толщину полупоглощения $d_{1/2}$. Эта величина находится непосредственно как толщина поглотителя, снижающая начальную скорость счета вдвое.

Значение E_M и $d_{1/2}$ дает возможность назвать исследуе-

мый радиоактивный изотоп, что и является конечной целью данной работы.

В заключение необходимо упомянуть о других методах определения максимальной энергии бета-спектра, использующих эффект поглощения бета-излучения в веществе.

Когда бета-распад сопровождается значительным фоном посторонних излучений (жесткого бета- или гамма-излучения) или, если характер работы допускает применение лишь слабых источников бета-частиц, метод полного поглощения не дает возможности получить надежные результаты.

С особой осторожностью следует относиться к наличию в препарате гамма-излучения. Последнее, в отличие от натурального фона, не дает неизменной загрузки счетчика на протяжении всего опыта снятия кривой поглощения. Сначала регистрируемый гамма-фон возрастает, пока полная толщина поглотителя не достигает величины пробега комптон-электронов, затем остается постоянным или даже убывает, если мягкая гамма-компонента испытывает заметное поглощение в слое вещества. Высокий уровень гамма-фона маскирует конечный участок кривой поглощения бета-частиц, в результате чего получаются сильно заниженные значения пробегов.

Чтобы устранить указанные затруднения пользуются сравнительным методом, позволяющим выражать пробег бета-частиц любого радиоактивного вещества через величину пробега стандартного бета-излучателя и оперировать преимущественно со средними участками кривых поглощения.

В сравнительном методе Физера [3] кривая поглощения неизвестного излучателя сравнивается с кривой поглощения стандарта, которым может служить любой чистый бета-излучатель, обладающий простым бета-излучением и нормальной формой спектра. Метод Физера дает возможность определить максимальную энергию бета-частиц с более высокой точностью, чем метод полного поглощения. Однако в данном руководстве мы не имеем возможности останавливаться на этом методе так же, как и на методе Харлея и Хальдена [4], использующем для определения E_m начальный участок кривой поглощения, полуэмпирическом методе Бойлера и Цунти [5] и др.

Несмотря на указанные недостатки рассмотренного метода полного поглощения, он остается наиболее простым и практически пригодным для оценки величины E_m в исследованиях, связанных с применением бета-излучающих радиоизотопов.

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Столик-подставка для препаратов и поглотителей.
4. Бета-радиоактивный препарат на слюде в плексигласовой кассете.
5. Эталон U^{238} .
6. Набор алюминиевых поглотителей толщиной $\approx 0,1$ мм.
7. Таблицы логарифмов, таблицы e^{-x} и e^x , таблица изотопов.
8. Миллиметровая бумага, лекало, линейка.

Упражнение 1

Определение максимальной энергии бета-спектра радиоактивного изотопа методом полного поглощения

После прогрева установки Б-2 проверяют правильность действия пересчетного прибора в течение 1 минуты. Затем измеряют эталон и сравнивают результаты измерения с данными предыдущих замеров. Если скорость счета при измерении эталона отличается более, чем на $3D_{\text{эт}}$ от среднего арифметического из всех показаний, то необходимо вновь снять счетную характеристику счетчика Т-25-БФЛ, выбрать оптимальное рабочее напряжение и снова измерить эталон. В случае неудовлетворительной характеристики (исчезновение плато, большой наклон плато и т. п.) счетчик следует заменить.

После контроля режима работы счетчика приступают к измерению фона. В упражнении требуется определить фон со статистической точностью не хуже 4% ($\delta_{\text{ф}} = 0,04$). Число импульсов, которое при этом следует набрать, определяется формулой

$$n_{\text{ф}} = \frac{1}{\delta_{\text{ф}}^2} \quad (\text{см. работу № 7}).$$

Кассету с радиоактивным препаратом устанавливают на 6-ю позицию и измеряют скорость счета бета-частиц в отсутствии поглотителя, пользуясь кратностью пересчета $k=64$. Для успешного выполнения работы начальная скорость счета должна составлять не менее 8000 *имп/мин*.

Помещая затем алюминиевую фольгу между препаратом и счетчиком на 1-ю или 2-ю позиции, вновь измеряют скорость счета. Продолжают увеличивать таким же способом слой поглотителя до тех пор, пока не прекратится спад скорости счета импульсов. По мере поглощения излучения длительность измерений должна возрастать с тем, чтобы общее число импульсов, зарегистрированное в течение отдельного измерения, составляло не менее 1000 (это обеспечивает статистическую

точность $\sim 3\%$). При этом, однако, время каждого измерения не должно быть менее 1 и более 20 минут.

При расчете толщины поглотителя следует воспользоваться соотношением $d = \frac{m}{S}$ (мг/см²), где m — масса одной алюминиевой пластинки, а S — ее площадь. Ориентировочно, толщина каждого фильтра составляет $d \approx 26$ мг/см². Общую толщину поглотителя находят суммированием толщин всех пластинок. Как указывалось выше, желательно провести измерения до получения трех повторяющихся (в пределах точности измерений) результатов.

Значения регистрируемых скоростей счета следует исправить лишь на мертвое время, а вычитание фона не производить.

Результаты измерений и расчетов сводят в таблицу 2.

Таблица 2

Определение слоя полного поглощения d_m бета-частиц в алюминии

Установка Б-2 №, Торцовый счетчик Т-25-БФЛ

$V_p =$ вольт. $k = 64$ $d_{ст} =$ мг/см².

Позиция № $N_{\phi} =$ имп/мин.

№ п.п.	Толщина алюминиевого поглотителя, d_{Al} мг/см ²	Время от- дельного из- мерения t , мин.	Показания прибора а (в)	Общее число импульсов, а имп.	Скорость счета N имп/мин.	Скорость счета, ис- правленная на мертвое время $N_{испр}$ имп/мин.	Относитель- ная ошибка $\delta = \frac{1}{\sqrt{n}} 100\%$
1	0						
2							
3							
п.п.п.							

Толщина полного поглощения $d_m =$ мг/см².

Максимальный пробег β -излучения $R_m =$ мг/см².

Максимальная энергия β -спектра $E_m =$ мэв.

Толщина полупоглощения $d_{1/2} =$ мг/см².

Идентифицированный радионуклид

По данным таблицы 2 нужно построить два графика $N_{испр} = f(d_{Al})$: первый из них изображает всю кривую поглощения (от начала до конца), второй — конечную часть

кривой. На графиках проводят горизонтальные прямые, отвечающие уровню фона N_f . По второму графику определяется величина d_m , а затем по формуле (10) — максимальный пробег R_m . В зависимости от величины R_m находят E_m по соответствующим формулам (4) или (5). По первому графику определяют толщину полупоглощения $d_{1/2}$, пользуясь начальным участком кривой.

Наконец, записав все полученные результаты и воспользовавшись таблицей изотопов, идентифицируют исследуемый радиоактивный изотоп.

Указания:

1. При пользовании формулой (10) учесть, что $z = d_{ст} + 1,29 \cdot x_{возд}$, где $x_{возд} = 3,0$ см для 6-й позиции.
2. Формулу (5) можно преобразовать в виду $\lg E_m = \lg 1,92 + 0,725 \lg R_m$, удобному для вычислений. Здесь также R_m выражено в г/см², а E_m в мэв.

Упражнение 2

Задача

При определении максимального пробега бета-частиц неизвестного радиоактивного изотопа получили значение $R_m = 660$ мг/см².

Найти максимальную энергию бета-спектра E_m данного радиоизотопа и вычислить во сколько раз ослабляет данное бета-излучение стеклянная пластинка толщиной в 1 мм.

Указания:

1. Плотность стекла взять равной 2,5 г/см³.
2. Толщину половинного поглощения бета-частиц определить приближенно по графику на рис. 33 (стр. 28).

Ответ: \approx в 16 раз.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бочкарев В., Кеирим-Маркус И. и др. «Измерение активности источников бета- и гамма-излучений». Изд. АН СССР, Москва, 1953 г.
2. С. М. Райский и В. Ф. Смирнов — «Физические основы метода радиоактивных индикаторов». ГИТТЛ, Москва, 1956 г.
3. А. Н. Несмеянов, В. Н. Баранов и др. — «Практическое руководство по радиохимии». Глава II, 1. Госхимиздат, Москва, 1956.
4. J. H. Harley, N. Hallden. Nucleonics. 13. № 1, 32, 1955.
5. «Сборник практических работ по радиохимии». Изд-во Ленинградского университета, часть I. 1956.

РАБОТА № 11

САМООСЛАБЛЕНИЕ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ В ОБРАЗЦЕ. ОБРАТНОЕ РАССЕЯНИЕ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ ОТ ПОДЛОЖКИ ОБРАЗЦА

В работе изучаются два эффекта, существенно влияющих на результаты измерения активности исследуемых образцов: самоослабление бета-излучения в слое радиоактивного образца и обратное рассеяние бета-частиц от подложки (подкладки) образца.

Самоослабление бета-излучения в образце

При измерении активности бета-излучения образцов приходится учитывать эффект самоослабления, который заключается в том, что при использовании препаратов некоторой толщины испускаемые радиоизотопом бета-частицы поглощаются и рассеиваются в толще самого препарата, не доходя до его поверхности.

Предположим, что мы имеем несколько радиоактивных образцов одинаковых по площади, но различных по толщине (в мг/см^2); кроме того, допустим, что радиоактивные атомы в образцах распределены равномерно, а удельная активность всех образцов (число распадов в единицу времени на 1 г вещества) одна и та же.

На рис. 38 изображены 6 таких образцов, каждый из которых условно разбит на слои одинаковой толщины. Пусть каждый такой слой посылает в сторону счетчика одинаковое число частиц за данное время—на рис. 38 это показано тремя стрелками, исходящими с каждого слоя. Из первого и второго слоев на счетчик попадают все частицы (6 стрелок); из третьего слоя через препарат проходит лишь две трети направленного на счетчик бета-излучения—на рис. 38 из препарата № 3 выходит 8 стрелок вместо 9; четвертый по толщине препарат еще больше поглощает бета-частицы (прохождение показано 10-ю

стрелками из 12); из пятого, шестого и последующих слоев ни одна частица на счетчик уже не попадает—счетчик регистрирует для 5-го и 6-го образцов то же число частиц, что и для 4-го образца. Дальнейшее увеличение толщины препарата за счет наращивания новых слоев не меняет картины—скорость счета остается постоянной и определяется лишь радиоактивностью верхних слоев, суммарная толщина которых соответствует величине максимального пробега β -частиц данного радиоизотопа.

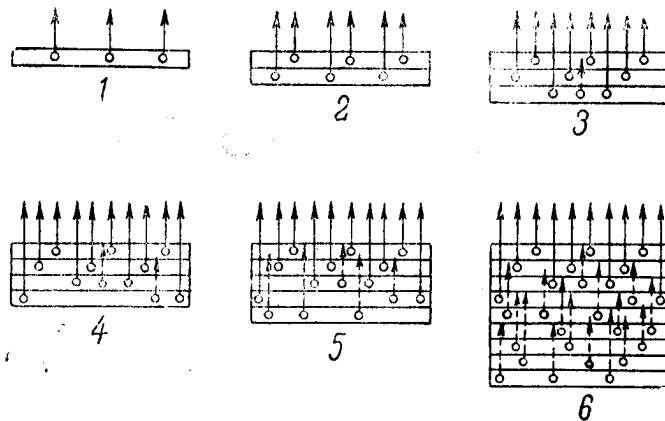


Рис. 38. Схема поглощения излучения в самом образце.

На рис. 39 графически изображена эта зависимость. На горизонтальной оси отложены толщины образцов l в мг/см^2 (в условном масштабе), а на оси ординат—соответствующие скорости счета J в имп/мин. В отсутствии самоослабления бета-излучения зависимость между скоростью счета (активностью) и толщиной образца должна быть выражена прямой, ибо общая активность пропорциональна толщине радиоактивного образца. На самом деле измеренная скорость счета, начиная с некоторой толщины будет меньше ожидаемой, и эта разница увеличивается с ростом толщины препарата (кривая АБВ). Отношение ординаты каждой точки экспериментальной кривой к соответствующей ординате прямой линии, показывающее, какая доля излучения регистрируется при данной толщине препарата, называется коэффициентом самоослабления.

Ослабление интенсивности излучения в веществе радиоактивного препарата является сложной комбинацией эффек-

тов саморассеяния и самопоглощения. Коэффициент самоослабления (менее строго его называть коэффициентом самопоглощения) определяется как отношение скорости счета источника данной толщины l к скорости счета непоглощающего источника. Если обозначить соответствующие скорости счета после введения поправок на мертвое время и фон через J и J_0 , то коэффициент самоослабления

$$s = \frac{J}{J_0}. \quad (1)$$

Величина коэффициента самоослабления помимо толщины препарата зависит также от атомного номера материала ис-

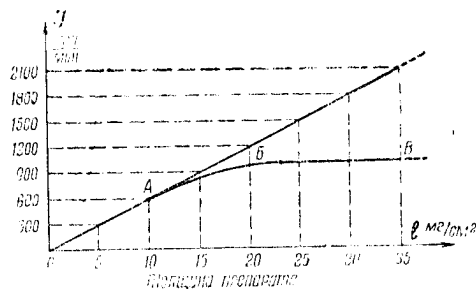


Рис. 39. Зависимость скорости счета от толщины препарата при постоянной удельной активности (кривая самоослабления).

точника и максимальной энергии бета-частиц. Точный вид зависимости коэффициента s от указанных факторов пока не установлен, поэтому учет самоослабления при измерении активности образцов (в тех случаях, когда это необходимо делать) должен быть приведен путем опытного определения коэффициента s для каждого изучаемого изотопа в отдельности и именно в том веществе (соединении), с которым предполагается работать.

Экспериментальное определение поправки на самоославление проводится способом, аналогичным рассмотренному выше примеру. Препараты разной толщины, имеющие одну и ту же удельную активность, можно получить, например, путем осаждения из кратных объемов радиоактивного раствора. При этом нужно соблюдать условие, чтобы все образцы имели

одинаковую площадь и равномерное распределение активных атомов. К полученной кривой самоослабления проводят касательную в начале координат (рис. 39), по которой и находят значения J_0 —истинной скорости счета—для каждой толщины препарата, а затем и коэффициент s .

Рассматривая рис. 39, мы видим, что кривую самоослабления можно разбить на 3 участка: ОА, АВ и ВВ. Соответствующие этим участкам кривой препараты условно называют тонкими, средними и бесконечно толстыми.

На участке ОА (тонкие образцы) кривая самоослабления как будто сливается с прямой, соответствующей истинной активности и, следовательно, поправку на самоославление можно не учитывать ($s = 1$). Однако, на самом деле, при малых толщинах ($l \sim 3-10\% R_m$) кривая идет несколько выше прямой (это не показано на рисунке), что соответствует увеличению скорости счета по сравнению с истинным значением ($J > J_0$). Этот эффект объясняется фокусирующим действием материала образца, т. е. рассеянием бета-излучения, приводящим к увеличению числа частиц, направленных в сторону счетчика. Из-за рассеяния бета-излучения в препарате форма кривой самоослабления становится сложной и практически затруднительно определить направление касательной—касательная оказывается в то же время и секущей. При увеличении толщины препарата эффект самопоглощения перекрывает эффект фокусирования—кривая идет ниже прямой.

Участок ОА характерен для препаратов, толщина которых ориентировочно лежит в пределах $0 < l < d_{1/2}$. Если рассматривать очень тонкие образцы ($0 < l < 0,2d_{1/2}$), то в этом случае, как правило, поправки вводить не нужно, так как эффекты рассеяния и самопоглощения на таких толщинах сказываются еще слабо. Однако, если требуется высокая точность ($< 1\%$), то пренебрегать самоослаблением можно лишь при $l \sim 0,01d_{1/2}$.

Участок АВ кривой самоослабления обычно более протяженный, чем это показано на рис. 39. Эта часть кривой отвечает самопоглощению в образцах, толщина которых находится в широком интервале $d_{1/2} < l < R_m$ —средние образцы. Поправку на самопоглощение для средних образцов можно найти по графику вышеуказанным способом.

Достоверность графического определения коэффициента s и в этом случае ограничивается трудностями при проведении касательной к кривой самоослабления.

Выражение для коэффициента самоослабления на участке

АБ можно получить из теоретических соображений, если исходить из экспоненциального закона поглощения бета-лучей, который однако выполняется весьма приблизительно. Эта формула (мы здесь опускаем ее вывод) имеет вид:

$$\frac{J}{J_0} = s = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} \quad (2)$$

Здесь μ — массовый коэффициент поглощения данного бета-излучения (в $\text{см}^2/\text{мг}$), а l — толщина препарата (в $\text{мг}/\text{см}^2$). Формулу (2) можно переписать в виде:

$$\frac{J}{J_0} = s = \frac{d_{1/2}}{0,693 l} \left(1 - 2^{-\frac{l}{d_{1/2}}} \right) \quad (2')$$

где $d_{1/2}$ — толщина половинного поглощения данного бета-излучения. Заметим, что будет более строго, если вместо l брать $l_{\text{эф}}$, которая определяется аналогично $z_{\text{эф}}$ (работа № 9). Соотношения (2) и (2'), выведенные в предположении справедливости экспоненциального закона поглощения, не учитывают также рассеяния бета-излучения в препарате и поэтому являются лишь грубым приближением. Пользование этими формулами оправдано только для препаратов указанной толщины ($d_{1/2} < l < R_m$).

Наконец, для бесконечно толстых образцов, толщина которых превосходит толщину максимального пробега бета-частиц, $l > R_m$, наступает «насыщение» (участок БВ на кривой рис. 39), т. е. скорость счета не зависит от толщины препарата, $J = J_\infty$. В этом случае трудно точно определить поправку на самоослабление в отдельно взятом образце. Однако при относительных определениях активности, если сравниваются два источника, имеющие «бесконечную» толщину, поправка находится сравнительно легко.

Пусть a_1 и a_2 — истинные активности первого и второго образцов, J_1 и J_2 — измеренные скорости счета после введения поправок на мертвое время и фон счетчика, l_1 и l_2 — толщины в $\text{мг}/\text{см}^2$ сравниваемых образцов. Тогда, поскольку активность образца пропорциональна его толщине, отношение активностей «бесконечно толстых» образцов выражается следующим образом:

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{J_1}{J_2} \cdot \frac{l_2}{l_1} \quad (3)$$

Следовательно, если оба препарата имеют одинаковую толщину, то их активности относятся как соответствующие скорости счета и, наоборот, при одинаковых скоростях счета активности препаратов относятся как их толщины.

Метод бесконечно толстых образцов чрезвычайно прост и поэтому часто применяется при сравнительных измерениях активности проб в исследованиях с применением меченых атомов. Однако для абсолютных измерений такой метод не годится.

Итак, в зависимости от толщины препаратов пользуются тем или иным способом введения поправки на самоослабление.

Обычно рекомендуется вести работу либо с очень тонкими образцами ($l < 0,2d_{1/2}$), для которых можно пренебречь эффектами самоослабления, либо с образцами, толщина которых является «бесконечно большой» ($l > R_m$).

Если по условиям опыта образцы имеют среднюю толщину ($d_{1/2} < l < R_m$), то поправка определяется по формуле (2) или путем предварительного эксперимента и построения графика самоослабления.

Поправка на самоослабление особенно существенна для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение. Так, для C^{14} ($d_{1/2} = 2,7$ мг/см²) при $l = 0,2d_{1/2} \approx 0,5$ мг/см² отношение $\frac{J_0}{J}$ составляет $\sim 1,06$ (по данным конкретного опыта), а при $l = 4$ мг/см² $\frac{J_0}{J} = 1,58$. Если же по условию опыта требуется, чтобы самоослабление не превосходило 1% от скорости счета, то в случае C^{14} толщина препарата не должна превышать 25 мкг/см² ($l \sim 0,01 d_{1/2}$), т. е. образцы должны быть практически «невесомыми».

Для жесткого бета-излучения, например P^{32} , поправку на самопоглощение можно не принимать во внимание вплоть до толщин препаратов порядка 10—20 мг/см², допуская при этом ошибку в 4—6%. При $l = 1$ мг/см² поправка составляет менее 1% от скорости счета. Приготовление таких препаратов на практике не представляет труда.

Отсюда ясно, что для жесткого бета-излучения удобнее пользоваться методом «очень тонких образцов», в то время как метод «бесконечно толстых образцов» находит применение для изотопов, обладающих бета-излучением малой энергии.

И, наконец, поправку на самоослабление вообще не нужно вводить в случае одинаковой толщины (в $\text{мг}/\text{см}^2$) всех измеряемых образцов, если речь идет о сравнении их активностей (относительные измерения). Это, однако, относится только к препаратам, содержащим один и тот же радиоизотоп и измеряемым в тождественных условиях. Форма кривой самоослабления зависит от конкретных условий измерения — взаимного расположения препарата и счетчика, материала подложки и т. д., и нарушение стандартизации условий в течение измерений всей серии образцов влечет за собой различие в величине самоослабления.

Особо важным является учет поправки на самоослабление при сравнительных измерениях активности образцов, содержащих различные радиоизотопы, например Sr^{90} и Ca^{45} , P^{32} и S^{35} и т. п. Игнорирование эффекта самоослабления в этих случаях приводит к ошибочным результатам.

Рассмотрим несколько конкретных примеров.

Пример 1. Пусть исследуемый образец (почва), содержащий P^{32} , в виде сухой навески массой $m=2$ г помещен на круглую алюминиевую чашечку диаметром 2 см. Скорость счета образца составляет $J=1000$ *имп/мин*. Вычислить поправку на самоослабление и определить истинную скорость счета J_0 (для P^{32} принять $\mu=0,006$ $\text{см}^2/\text{мг}$).

Решение. Определяем толщину образца по формуле $l = \frac{m}{S}$, где S — площадь образца. Так как $S=\pi r^2=3,14$ см^2 , то $l = \frac{2000 \text{ мг}}{3,14 \text{ см}^2} = 636 \text{ мг}/\text{см}^2$. Следовательно, имеем случай $l < R_{\mu}$ и образец является «средним». Если отсутствует экспериментальный график самоослабления, то коэффициент s определяем по формуле (2):

$$s = \frac{J}{J_0} = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} = \frac{1 - e^{-3,82}}{3,82} = \frac{1 - 0,022}{3,82} = \frac{0,978}{3,82} \approx 0,256$$

Учитывая поправку на самоослабление и находим истинную скорость счета

$$J_0 = \frac{J}{s} = \frac{1000}{0,256} \approx 3906 \text{ имп/мин.}$$

Пример 2. Пусть сравниваются активности двух препаратов, один из которых содержит изотоп S^{35} , а другой — P^{32} .

Оба препарата представляют собой осадки по 0,1 г, равномерно распределенные по площади 5 см². Найти истинное отношение активностей данных проб, если скорости счета составляют: $J_{S^{35}} = 200$ имп/мин, $J_{P^{32}} = 500$ имп/мин.

Принять для S^{35} : $d_{1/2} = 3$ мг/см²; $R_M = 21$ мг/см²; $\mu = 0,230$ см²/мг;

для P^{32} : $d_{1/2} = 115$ мг/см²; $R_M = 780$ мг/см²; $\mu = 0,006$ см²/мг.

Решение. Для обоих препаратов $l = \frac{100}{5} = 20$ мг/см². В случае S^{35} ($3 < l < 21$ мг/см²) препарат является средним, и истинная скорость счета находится по формуле:

$$J_0 = \frac{J}{s} = 200 \frac{\mu l}{1 - e^{-\mu l}} = 200 \frac{4,60}{1 - e^{-4,60}} = 200 \cdot \frac{4,60}{1 - 0,01} = 200 \frac{4,6}{0,99} \approx 200 \cdot 4,65 = 930 \text{ имп/мин.}$$

Для бета-излучения P^{32} препарат является очень тонким ($l < 0,2d_{1/2}$) и поправку можно не учитывать (с погрешностью ~6%). Таким образом, истинное отношение активностей (скоростей счета) составляет:

$$\frac{J_{0S^{35}}}{J_{0P^{32}}} = \frac{930}{500} = 1,86.$$

в то время как отношение скоростей счета без учета самоослабления было равно 0,4, что могло, например, привести к ошибочному выводу о степени поступления фосфора и серы в исследуемые объекты.

Пример 3. Имеются два образца, содержащие Ca^{45} ($d_{1/2} = 5,5$ мг/см²; $\mu = 0,13$ см²/мг; $R_M = 57$ мг/см²).

Образцы представляют собой срезы из костной ткани площадью 2,5 см² и массой $m_1 = 300$ мг и $m_2 = 1200$ мг. Определить относительное содержание Ca^{45} в пробах, если: а) $J_1 = J_2$; б) $J_1 = 6000$ имп/мин, $J_2 = 500$ имп/мин.

Решение. Оба образца — бесконечно толстые, так как $l_1 = \frac{300}{2,5} = 120$ мг/см² и $l_2 = \frac{1200}{2,5} = 480$ мг/см² и, следовательно, выполняется условие $l > R_M$. В этом случае можно произвести сравнение активностей образцов, пользуясь соотношением (3).

Для условия а):

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{J_1}{J_2} \cdot \frac{l_1}{l_2} = 1 \cdot \frac{120}{480} = \frac{1}{4};$$

Для условия б):

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{6000}{500} \cdot \frac{120}{480} = 3.$$

Рассмотренный выше способ экспериментального определения поправки на самоослабление, как отмечалось, является весьма приближенным. Если требуется более точно определить поправку, пользуются следующим приемом.

Приготавливают серию препаратов одинаковой общей активности, но различной толщины. Таким образом, удельная активность препаратов в этом случае является величиной переменной. Это достигается, например, путем осаждения из растворов с одинаковым количеством радиоактивного изотопа, но различным количеством носителя. Результаты измерения этих источников после внесения соответствующих поправок на мертвое время и фон изображают в виде графика зависимости скорости счета от толщины препарата. Истинная скорость счета J_0 (без самоослабления) определяется экстраполяцией кривой к нулевой толщине препарата. На основе полученных данных строится новый график — зависимость коэффициента ослабления $\frac{J}{J_0}$ от толщины препаратов.

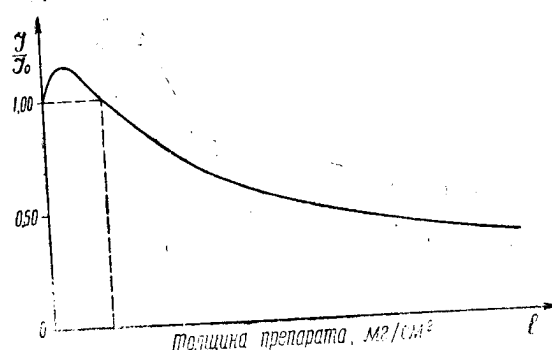


Рис. 40. Зависимость коэффициента самоослабления от толщины препарата (препараты имеют одинаковую общую активность, но разное количество носителя).

По такому графику (см. рис. 40) непосредственно определяется поправка на самоослабление и более точно, чем в первом методе. Преимущество указанного метода особенно проявляется для тонких препаратов ($0 < l < d_{1/2}$), так как полученная кривая в этой области (обычно при $l \sim 3-10\% R_m$) имеет отчетливо выраженный максимум, обусловленный рассеянием бета-частиц в препарате. Этот эффект был замаскирован в ранее рассмотренном методе, что создавало неопределенность при определении поправки в данном интервале толщин. Метод сосаждения изотопа с носителем дает точные результаты при наличии исходного изотопа достаточной удельной активности, что позволяет приготовить первый препарат бесконечно тонким и правильно провести экстраполяцию к нулю.

Предлагаемое упражнение 1 предусматривает лишь качественное ознакомление с эффектом самоослабления бета-излучения в слоях радиоактивного образца.

Обратное рассеяние бета-излучения от подложки образца

Радиоактивные препараты, подлежащие измерениям, изготавливаются обычно либо в виде тонких слоев (осадков), нанесенных на фильтровальную бумагу, алюминиевую или стек-

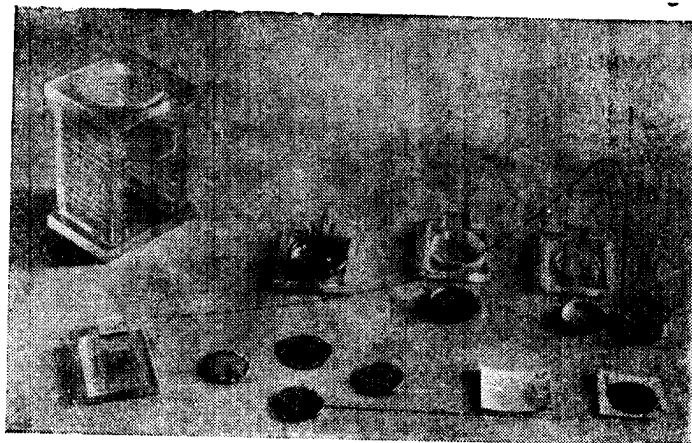


Рис. 41. Некоторые типы радиоактивных образцов (внешний вид) и подставок к ним. Слева сверху — столик-этажерка для образцов.

линную чашечки, либо, например, в виде навесок измельченного растительного вещества, почвы и т. п., которые помещаются в чашечки разных типов, целофановые пакеты, касcеты из плексигласа и других материалов. Некоторые типы препаратов и подставки к ним изображены на рис. 41. В левом верхнем углу рисунка показан столик-этажерка для образцов, который используется во всех работах настоящего практикума.

Различие в толщине радиоактивных препаратов, как мы выяснили, сказывается на эффекте самоослабления.

Оказывается, что число бета-частиц, регистрируемых счетчиком, также зависит и от подложки, на которую нанесен препарат. Действительно, в результате процессов рассеяния, некоторая доля бета-частиц, испускаемых в направлении подложки, может отклоняться более, чем на 90° от своего

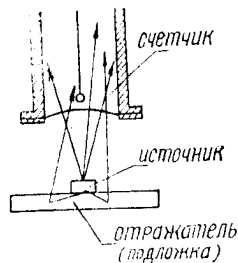


Рис. 42а. Схема обратного рассеяния бета-излучения от подложки.

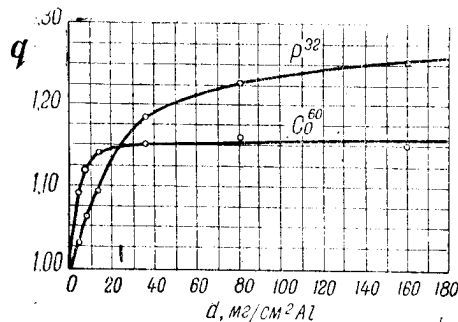


Рис. 42б. Зависимость обратного рассеяния от толщины алюминиевой подложки, $d = f(d)$.

первоначального пути, т. е. по существу отражаться обратно атомами подложки. Это приводит к нарушению изотропного распределения бета-излучения по углам. В результате обратного рассеяния увеличивается число бета-частиц, вылетающих в сторону счетчика, а вместе с тем увеличивается и скорость счета импульсов (см. рис. 42а).

Эффект обратного рассеяния бета-излучения от подложки препарата исследовался рядом авторов. Результаты дают зависимость коэффициента обратного рассеяния от толщины d и атомного номера Z подложки, максимальной энергии бета-спектра E и т. д., причем под коэффициентом обратного рассеяния q понимается отношение скорости счета

от препарата с подложкой J_q к скорости счета без подложки J_0 .

$$q = \frac{J_q}{J_0} = \frac{J_0 + \Delta J_0}{J_0} \quad (4)$$

где ΔJ_0 —приращение скорости счета в результате обратного рассеяния бета-частиц; очевидно, что $q \geq 1$.

Рассмотрим, как зависит коэффициент обратного рассеяния q от d , Z и E . Эта зависимость изображена на рис. 42 б, в, г.

Кривые $q=f(d \text{ мг/см}^2)$ при постоянных значениях Z и E_m (рис. 42 б) показывают, что интенсивность обратно отраженного излучения увеличивается с толщиной подложки и достигает насыщения при толщинах, равных приблизительно $0,2 R_m$ —максимального пробега бета-частиц в подложке. На рисунке это иллюстрируется кривыми для бета-излучения P^{32}

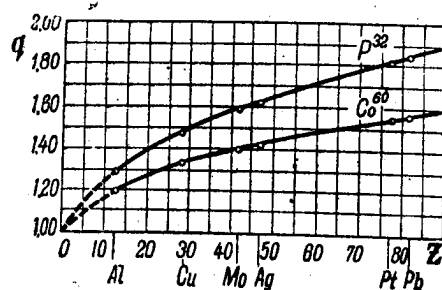


Рис. 42в. Зависимость обратного рассеяния от атомного номера вещества подложки, $q=f(Z)$.

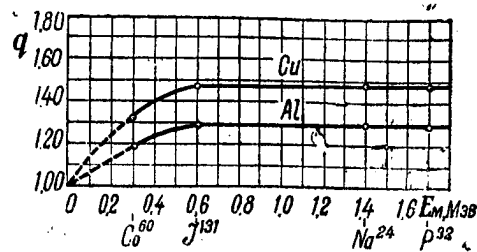


Рис. 42г. Зависимость обратного рассеяния от максимальной энергии β -спектра, $q=f(E_m)$.

и Co^{60} , полученными при измерении обратного отражения от алюминиевой подложки.

При толщине подложек, равной слою насыщения, обратное рассеяние возрастает с увеличением атомного номера Z вещества подложки. Помещая под образцом, нанесенным на тонкую органическую пленку, подложки из алюминия, меди, серебра, платины, свинца и т. д., мы замечаем монотонное увеличение скорости счета. Для подложек из тяжелого материала коэффициент обратного рассеяния q может принимать значения до 2,0 и даже более в случае бета-излучения большой жесткости. Рис. 42 иллюстрирует зависимость $q=f(Z)$ при $d \geq d_{\text{нас}}$ для случаев P^{32} и Co^{60} .

Если подложкой служит не элементарное вещество, то принимается во внимание средний эффективный атомный номер подложки. Установлено, что вероятность акта обратного отражения пропорциональна \sqrt{Z} . Поэтому для вычисления среднего эффективного атомного номера подложки по отношению к обратному рассеянию бета-частиц следует применять формулу:

$$Z_{\text{ср}} = \left(\frac{\sum n_i \sqrt{Z_i}}{\sum n_i} \right)^2, \quad (5)$$

где n_i — число атомов элемента с порядковым номером Z_i в молекуле вещества подложки.

При исследовании зависимости q от максимальной энергии бета-спектра наблюдается возрастание q с ростом энергии приблизительно до $E_m = 0,6 \text{ мэв}$, после чего q остается практически постоянным (рис. 42 г). Такой вид зависимости $q=f(E_m)$ объясняется поглощением обратно-рассеянного излучения по пути в счетчик, которое преобладает для бета-частиц малых энергий.

Эффект обратного рассеяния необходимо учитывать, когда по условиям опыта приходится измерять образцы, нанесенные на разные (по толщине или по атомному номеру) подложки, а в случае одинаковых подложек — если сравниваются активности образцов, содержащих различные изотопы.

Заметим, что коэффициент обратного рассеяния уменьшается, если возрастает толщина препарата l , так как отраженное от подложки излучение поглощается в слое самого образца. При $l \geq 0,2 R_m$ отражение от подложки перестает ска-

зываться и для достаточно толстых препаратов может не учитываться.

Увеличение скорости счета из-за обратного рассеяния зависит также и от конкретных условий измерения, в частности от телесного угла окошка счетчика Ω (так как отраженное излучение неизотропно), от толщины окошка (стенки) счетчика и слоя воздуха между препаратом и счетчиком и т. д.

Таким образом, мы видим, что факторы обратного рассеяния от подложки, самоослабления в образце, а также поглощения бета-излучения на пути от препарата к счетчику тесно связаны между собой, влияют друг на друга и, в свою очередь, зависят от геометрических условий опыта. Указанные эффекты, вообще говоря, нельзя рассматривать изолированно друг от друга. Поэтому нарушение хотя бы одного из стандартных условий измерения серии радиоактивных образцов (замена счетчика, изменение расстояния препарат-счетчик, наличие различных по толщине препаратов, использование неодинаковых подложек и т. п.) требует введения всех необходимых поправок.

Взаимосвязь большинства факторов, влияющих на скорость счета, является также причиной, в силу которой обычно не рекомендуется при определении той или иной поправки пользоваться литературными данными. Наиболее достоверными следует считать те результаты, которые учитывают поправки, найденные экспериментально в данных конкретных условиях основного опыта.

Для экспериментального определения коэффициента обратного рассеяния q изготавливается образец в виде тонкого слоя, нанесенного на органическую пленку или другую очень тонкую подложку из вещества с малым атомным номером; иногда для этой цели пользуются тонкими (≈ 1 мг/см²) пластинками слюды или папиросной бумаги. Активность образца измеряется в стандартных (для основного опыта) условиях измерения. Сначала измеряется скорость счета без подложки, а затем—скорость счета с подложкой, распложенной вплотную под источником. Отношение второй величины к первой дает коэффициент отражения q .

Следует иметь в виду, что если расстояние от тонкого препарата на пленке до дна домика меньше 30—40 мм, то при определении поправки на обратное рассеяние может быть допущена существенная ошибка, обусловленная отражением бета-частиц от дна домика или подставки.

Для изотопов с мягким бета-излучением (S^{35} , C^{14}) определение поправки на обратное рассеяние требует особо тонкой методики и высокой статистической точности.

Явление обратного рассеяния бета-излучения широко используется на практике, например при определении толщины различного рода покрытий в металлургической, лакокрасочной промышленности и др. отраслях народного хозяйства.

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Столик-подставка для препаратов и отражателей.
4. Набор листов фильтровальной бумаги, пропитанной радиоактивным раствором (W^{185} или Ca^{45}).
5. Плексигласовая кассета с зажимным кольцом для крепления образцов из фильтровальной бумаги.
6. Препараты S^{35} , Ca^{45} , W^{185} , Tl^{204} , P^{32} на тонкой слюдяной подложке. Эталон U^{238} .
7. Набор алюминиевых отражателей (по 26 мг/см²).
8. Толстые подложки из алюминия, железа, меди, свинца, плексигласа.
9. Миллиметровая бумага, лекало, линейка.

Упражнение 1

Снятие кривой самоослабления бета-излучения при постоянной удельной активности препарата

После измерения эталона определяют фон с той кассетой, в которую будут помещаться образцы. Затем берут набор листиков фильтровальной бумаги, просушенных после нанесения стандартного объема радиоактивного раствора вольфрама—185 (или кальция—45). Толщина листка l в мг/см² определяется как отношение его массы к площади. Первый слой (листок) активной бумаги зажимают в кассете при помощи кольца и выбирают позицию с таким расчетом, чтобы скорость счета составляла около 1000 *имп/мин*.

Требуется произвести измерения скорости счета от одного, двух, трех и т. д. слоев активной бумаги. Продолжительность измерений определяется условием, чтобы ошибка при регистрации скорости счета препарата вместе с фоном составляла не более 2%. Измерения заканчивают после того, как будут получены два—три повторяющихся результата, что свидетельствует о достижении слоя «бесконечной толщины». Результаты измерений представляют в виде таблицы 1.

Таблица 1

**Самоослабление бета-излучения в образцах разной толщины
при постоянной удельной активности**

Установка Б-2 № Счетчик Т-25-БФЛ $\kappa=64$
Позиция № $N_{\phi} =$ *имп/мин.* Изотоп

Число радиоактивных слоев	Суммарная толщина препарата l мг/см ²	Время измерения t мин.	Общее число импульсов n имп.	Скорость счета N имп/мин	С учетом поправки на мертвое время $N_{испр}$ имп/мин	С учетом фона $J = N_{испр} - N_{\phi}$ имп/мин
1						
2						
...						
...						

По данным таблицы 1 строят график зависимости скорости счета J от суммарной толщины препарата l .

Пользуясь полученным графиком, определить коэффициент самоослабления s для толщины $l = 0,25 R_m$. Ту же величину рассчитать при помощи формулы (2) или (2') и сравнить с полученным ранее результатом.

При этом удобно пользоваться таблицей 2, дающей значения коэффициента s в зависимости от отношения $\frac{l}{d_{1/2}}$.

Таблица 2

Фактор самоослабления s бета-лучей в образце

$\frac{J}{J_0} = s = \frac{d_{1/2}}{0,693 l} \left(1 - 2^{-\frac{l}{d_{1/2}}} \right)$ где l — толщина слоя образца в мг/см² и $d_{1/2}$ — толщина половинного ослабления β -частиц в мг/см² для данного изотопа. Пользование данными таблицы оправдано при выполнении условия $d_{1/2} < l < R_m$.

$l/d_{1/2}$	s	$l/d_{1/2}$	s
0,5	0,845	5,5	0,257
1,0	0,721	6,0	0,237
1,5	0,621	6,5	0,220
2,0	0,540	7,0	0,205
2,5	0,476	7,5	0,192
3,0	0,421	8,0	0,180
3,5	0,376	8,5	0,169
4,0	0,339	9,0	0,159
4,5	0,307	9,5	0,151
5,0	0,281	10,0	0,143

Упражнение 2

Изучение обратного рассеяния бета-излучения
от подложки образца

1. Определить фон с точностью порядка 5%. Измерить с 6-й позиции скорость счета препарата P^{32} сначала без подложки, а затем с подложками различной толщины, складывая последовательно один, два, три и т. д. листочка алюминиевой фольги толщиной 26 мг/см². Подложки помещаются на одну позицию ниже кассеты с препаратом так, что между препаратом и подложкой остается небольшой зазор ($\sim 0,5$ мм). Продолжительность измерений — 3 минуты. Наблюдения продолжать до тех пор пока не наступит насыщение обратного рассеяния. Результаты измерений занести в таблицу 3 и построить график зависимости коэффициента обратного отражения q от толщины алюминиевой подложки d (мг/см²). Определить толщину слоя насыщения $d_{\text{нас}}$ и выразить ее в долях максимального пробега R_M .

Таблица 3

Зависимость коэффициента обратного рассеяния от толщины подложки

 $q = f(d)$ Препарат P^{32} Позиция № 6. $Z_{Al} = 13$; $E_M = 1,7$ мэв.; $N_{\Phi} = \dots \dots \dots$ имп/мин

№№ п/п	Толщина подложки d_{Al} мг/см ²	Время изме- рения t мин	a (в)	n имп	N имп/мин	$N_{\text{испр}}$ имп/мин	$J = N_{\text{испр}} - N_{\Phi}$ имп/мин	$q = \frac{J}{J_0}$
1	0	3						1,00
2	26	3						
3	52	3						
...	...							
...	...							

 $d_{\text{нас}} = \dots \dots \dots$ мг/см² = $\dots \dots \dots$ (в долях R_M). $q_{\text{нас}}$ (при $d = d_{\text{нас}}$) = $\dots \dots \dots$

2. В тех же условиях измерить скорость счета бета-излучения P^{32} с подложками из различных материалов: Al, Fe, Cu, Pb. Измерить скорость счета с толстой плексигласовой подложкой. Толщина всех подложек должна быть больше слоя насыщения ($d > d_{\text{нас}}$). Данные свести в таблицу (см. таблицу 4). Определить коэффициент q , приняв за J_0 скорость счета без подложки.

Построить кривую зависимости коэффициента обратного рассеяния от материала подложки, откладывая по оси абсцисс атомный номер вещества подложки Z . По графику определить средний эффективный атомный номер $Z_{\text{ср}}$ плексигласа.

Таблица 4
Зависимость коэффициента обратного рассеяния от материала подложки

$q = f(Z)$; препарат P^{32} ; позиция № 6.

$d > d_{\text{нас}}$; $E_m = 1,7$ мэв. ; $N_{\phi} = \dots \dots \dots$ илп/мин

№ п/п	Материал подложки	Атомный номер Z	t мин.	a (b)	p илп.	N илп/мин.	$N_{\text{испр}}$ илп/мин.	$J = \frac{N_{\text{испр}}}{N_{\phi}}$	$q = \frac{J}{J_0}$
1	Без подложки	—	3						1,00
2	Al	13	3						
3	Fe	26	3						
4	Cu	29	3						
5	Pb	82	3						
6	Плексиглас	?	3						

3. Измерить скорость счета препаратов S^{35} , Ca^{45} , W^{185} , Ti^{204} , P^{32} без подложек и с подложками из толстого алюминия ($d > d_{\text{нас}}$).

Результаты измерений представить в виде таблицы (см. таблицу 5). Построить график зависимости коэффициента обратного рассеяния от максимальной энергии бета-спектра.

Указание: коэффициент обратного рассеяния q находится как отношение скорости счета с подложкой к соответствующей скорости счета без подложки для каждого изотопа.

Таблица 5

Зависимость коэффициента обратного рассеяния от максимальной энергии бета-излучения

$$q = f(E_m); \quad d > d_{\text{нас}}; \quad Z = 13 \text{ (Al)}.$$

Позиция № 6. $N_{\Phi} = \dots \dots \dots$ имп/мин.

№№ п/п	Изотоп	Максимальная энергия β -спектра, E_m , мэв	Наличие подложки	t мин.	a (b)	n имп	N имп/мин	N _{испр} имп/мин	J = N _{испр} — N _ф имп/мин	q
1	S ³⁵	0,169	Без под- ложки							
			С подложкой							
2	Ca ⁴⁵	0,256	Без под- ложки							
			С подложкой							
3	W ¹⁸⁵	0,430	Без под- ложки							
			С подложкой							
4	Tl ²⁰⁴	0,765	Без под- ложки							
			С подложкой							
5	P ³²	1,71	Без под- ложки							
			С подложкой							

ЛИТЕРАТУРА

1. Бочкарев В., Кеirim-Маркус И., Львова М. и др. — «Измерение активности источников бета- и гамма-излучений», изд-во АН СССР, Москва, 1953.
2. Кеirim-Маркус И., Львова М. «Метод абсолютных измерений активности источников бета-излучения с помощью торцовых счетчиков». Сборник «Исследования в области дозиметрии ионизирующих излучений». Изд-во АН СССР, Москва, 1957.
3. Целищев С. П. — «Некоторые вопросы методики применения радиоактивных индикаторов в агробиологии». Известия ТСХА, 2, 1954 г.

РАБОТА № 12

ИЗМЕРЕНИЯ МАЛЫХ АКТИВНОСТЕЙ ПРИ ПОМОЩИ ГАЗОПРОТОЧНОГО СЧЕТЧИКА ТИПА СОТ-30-БФЛ

Минимальные уровни активности, измеряемые торцовым счетчиком. В практике исследований с применением метода меченых атомов нередко приходится иметь дело с образцами, содержащими небольшое количество радионуклеотида. При измерении активности этих образцов на счетной установке с торцовым (или цилиндрическим) счетчиком часто получают результаты, сравнимые с уровнем натурального фона счетчика или превосходящие фон лишь в несколько раз.

Например, если фон счетчика составляет 30 *имп/мин*, а скорость счета препарата вместе с фоном $N=50$ *имп/мин*, то такой препарат является малоактивным и для точного измерения его активности требуется длительное время. Пользуясь

формулой $t = \frac{N + \sqrt{NN_{\phi}}}{N_{\text{пр}}^2 \delta_{\text{пр}}^2}$ (см. работу № 7), найдем, что время, необходимое для измерения активности этого препарата с точностью 5% ($\delta_{\text{пр}}=0,05$), составляет 89 минут.

Не говоря уже о том, что трудно позволить себе такой нерациональный расход времени, следует также иметь в виду возможные вариации уровня фона за столь продолжительное время. Поэтому практически невозможно получить достаточно точные результаты при работе с подобными слабоактивными препаратами, если не принять специальных мер для повышения эффективности регистрации испускаемого ими излучения.

Забегаая вперед (см. работу № 13), примем ориентировочно, что эффективность счета бета-частиц P^{32} (жесткое излучение) для торцового счетчика Т-25-БФЛ и некоторого стандартного положения препарата (4-я позиция столика) составляет $\phi=0,1$. Это значит, что если содержащий P^{32} препарат имеет активность $A = 1$ *мккюри*, т. е. излучает в про-

странство $N_0 = 2,22 \cdot 10^6$ частиц в минуту, то измеряемая скорость счета составляет при этом $N = \phi N_0 = 2,22 \cdot 10^5$ *имп/мин.*

Если за нижний предел скорости счета, которую можно достоверно определить при измерении активности препаратов методом торцового счетчика, принять величину $N_{\min} = 3N_{\phi}$, то нетрудно оценить минимальный уровень активности препарата, характеризующий чувствительность этого метода. Для случая, когда $N_{\phi} = 30$ *имп/мин.*, имеем $N_{\min} = 90$ *имп/мин.*, а после вычитания фона получим $N_{\text{пр. min}} = 60$ *имп/мин.* Поделив теперь последнюю величину на $2,22 \cdot 10^5$, найдем минимальную активность образца, которую можно определить торцовым счетчиком в этих условиях:

$$A_{\min} \approx 2,7 \cdot 10^{-4} \text{ мккюри} = 2,7 \cdot 10^{-10} \text{ кюри.}$$

Располагая препараты ближе к счетчику и пользуясь счетчиками с большим диаметром входного окна, можно увеличить эффективность счета и тем самым повысить чувствительность метода. С другой стороны, для изотопов, характеризующихся малой энергией бета-частиц (C^{14} , S^{35} и др.), значение A_{\min} существенно возрастает (ввиду малой эффективности счета), что ограничивает возможности метода торцового счетчика.

Обычно считают, что при помощи торцовых счетчиков с тонким окном можно измерять минимальные уровни активности порядка $2 \cdot 10^{-10}$ — 10^{-9} *кюри* в зависимости от энергии бета-излучения. Однако в ряде случаев требуется измерять более низкие уровни активности и это осуществляется при помощи счетчиков специальной конструкции.

Газопроточный счетчик СОТ-30-БФЛ. Этот счетчик сконструирован в Биофизической лаборатории ТСХА и предназначен для измерения малых активностей в препаратах, испускающих мягкое бета- (или альфа-) излучение. Счетчик СОТ-30-БФЛ позволяет измерять уровни активности исследуемых проб порядка 10^{-10} *кюри*. При энергии бета-излучения более 150 *кэв* счетчик допускает измерение активности $2 \cdot 10^{-11}$ *кюри* (0,74 распада в секунду).

Такая высокая чувствительность объясняется следующими особенностями конструкции счетчика: а) входное окно счетчика СОТ-30-БФЛ «открыто» для ядерных частиц, т. е. не имеет преграды, поглощающей излучения радиоактивных атомов; б) геометрический фактор ($\eta \approx 0,4$ — $0,45$) достаточно велик, так как препарат помещается непосредственно у «входа» в

счетчик — такие конструкции иногда называют « 2π -счетчиками», имея в виду регистрацию частиц в пределах половины полного телесного угла $\Omega=4\pi$, хотя этот телесный угол, как правило, менее 2π ; в) наличие счетчика с малой длиной нити (10—12 мм) и массивная свинцовая защита обеспечивают низкий уровень фона (≈ 12 —15 *имп/мин*). Эти особенности счетчика СОТ-30-БФЛ позволяют регистрировать не только жесткое, но и мягкое бета-излучение (а также альфа-излучение) с высокой эффективностью счета ф.

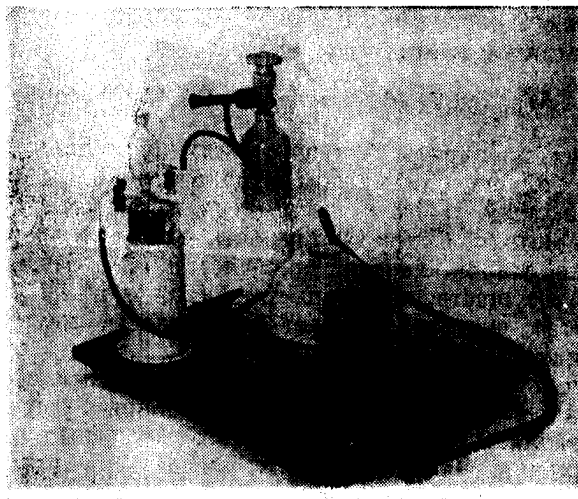


Рис. 43. Внешний вид счетчика СОТ-30-БФЛ. Выпускается экспериментально-механической мастерской ТСХА.

Внешний вид счетчика СОТ-30-БФЛ представлен на рис. 43. На эбонитовой доске размещаются: 1) торцовый счетчик специальной конструкции, имеющий открытое окно и работающий в режиме непрерывного тока газовой смеси — газопроточный счетчик; 2) баллон с гелием, имеющий редуктор для плавной подачи газа в смеситель; 3) сосуд Дюара, в котором находится смеситель — стеклянная пробирка особой конструкции, наполняемая смесью этилового спирта и диэтилового эфира в определенном соотношении. Баллон, смеситель и собственно счетчик соединены последовательно резиновыми трубками. Посредством высоковольтного

кабеля счетчик соединяется с пересчетным прибором (установкой Б или Б-2).

Основной блок установки СОР-30-БФЛ — **газопроточный счетчик** изображен на переднем плане рис. 43. Он состоит из трех дисков: верхний и нижний неподвижные диски—стальные, средний вращающийся диск—из плексигласа.

В верхнем диске укреплен на резьбе в сквозном отверстии торцовый счетчик с открытым окном—стальной никелированный цилиндр с внутренним диаметром 30 мм и высотой 20 мм. Сверху в цилиндр ввернута пластмассовая втулка, в которой при помощи гайки крепится высоковольтный провод. Анодом счетчика служит вольфрамовая нить длиной 10—12 мм, укрепленная в медной трубочке, зажатой в высоковольтном контакте. Как всегда, нить внизу оканчивается стеклянной бусинкой. На втулку навинчивается предохранительная плексигласовая крышка.

Газ поступает в счетчик непрерывно из смесителя по резиновой трубке через входной штуцер и выходит по канавке, выточенной в нижней стенке верхнего диска, через другой штуцер в выхлопную пробирку (видна на переднем плане).

В центре диска имеется отверстие, в котором проходит фигурный болт, скрепляющий все три диска прибора. Диск имеет секторный вырез для установки чашечки с измеряемым образцом в лунку среднего диска. На верхнем диске также укреплен штеккер для подключения высоковольтного кабеля; штеккер соединен изолированным проводом с анодом счетчика. Корпус счетчика заземляется вместе с экраном кабеля. Торцовый счетчик закрыт свинцовой защитой в виде разборного полушара, образующего «домик» с толщиной стенок 5 см.

Средний вращающийся диск представляет собой столик для образцов и имеет 6 круглых выточек—лунок глубиной 8 мм и диаметром 30 мм каждая. В лунки поочередно помещаются чашечки с радиоактивными образцами. Средний диск вращается вокруг оси фигурного болта и подводит образцы непосредственно под счетчик для измерения их активности. Когда прибор собран, одна лунка находится в центре секторного выреза, другая—под окном счетчика, а остальные четыре—между ними. Сбоку плексигласовый диск имеет 6 ручек для поворота и металлический фиксатор поворота на 60°. Поверхности верхнего и среднего дисков тщательно протерты. Для большей гарантии от утечки газа необходимо сма-

зывать поверхности дисков вакуумной смазкой или вазелином.

Нижний стальной диск является опорным и имеет три ножки для крепления к общей подставке. В центральное отверстие нижнего диска проходит фигурный болт и крепится снизу гайкой. Нижний и верхний диски жестко связаны между собой и образуют поверхности, по которым перемещается средний диск.

Смеситель представляет собой стеклянную пробирку, наполняемую смесью этилового спирта и диэтилового эфира в объемном соотношении 96% и 4% соответственно. Смесью абсолютного спирта (чистоты 99,6%) и абсолютного эфира в указанном соотношении заранее приготавливается в отдельном сосуде. В пробирку наливается примерно 20—30 см³ смеси.

Через отросток, на который надевается резиновая трубка, в пробирку поступает из баллона гелий. Гелий проходит по внутренней трубке смесителя и выходит пузырьками в наружный сосуд, содержащий смесь спирта и эфира. Проходя через смесь, гелий обогащается парами спирта и эфира, после чего уже готовая газовая смесь, содержащая основную и гасящую компоненты, поступает по резиновой трубке в проточный счетчик. В смесителе поддерживается постоянство уровня жидкости, которая автоматически пополняется по центральной трубке из верхнего закрытого резервуара.

Чтобы обеспечить постоянство давления гасящей компоненты в счетчике, рекомендуется поддерживать неизменной температуру смеси, для чего смесительную пробирку помещают в сосуд Дюара, наполнив его предварительно кусочками льда. Однако проточный счетчик хорошо работает и при постоянной комнатной температуре смеси. В этом случае лишь возрастает начальный потенциал счета и смещается плато счетчика в сторону больших напряжений. Длина и наклон плато при этом не меняются.

Сосуд Дюара со смесителем помещается в цилиндрической подставке.

Баллон с гелием имеет емкость 0,7 литра и рассчитан на давление до 150 атм. Рекомендуется применять гелий высокой очистки (99,96%). Для плавной регулировки подачи газа в систему служит редуктор, который навинчивается на штуцер баллона. Сначала открывают верхний кран баллона, а затем осторожно вращают винт редуктора, пока в смесителе не появятся пузырьки газа (необходимо, конечно, открыть краны смесителя).

Предварительный продув проточного счетчика осуществляется при сравнительно большой скорости тока гелия до тех пор, пока счетная установка не начнет регистрировать импульсы, вызванные излучением радиоактивного образца. После этого уменьшают ток газа, добиваясь прохождения 5--10 пузырьков в секунду в смесительной и выхлопной пробирках. При непрерывной работе расход газа составляет около 1 литра в час.

Выхлопная пробирка, укрепленная на верхнем диске счетчика, служит для контроля тока газа через проточный счетчик. Она заполняется наполовину этиловым спиртом. Проходя пузырьками через жидкость, отработанный газ выходит в отверстия в верхней части пробирки. Отсутствие пузырьков газа свидетельствует об его утечке, которую необходимо устранить.

Укажем некоторые технические данные и условия эксплуатации счетчика ССТ-30-БФЛ:

1. Напряжение начала счета при $t_{\text{смеси}} = 20^{\circ}\text{C}$ 1700 в.
при $t_{\text{смеси}} = 0^{\circ}\text{C}$ 1400 в.
2. Наименьшая протяженность плато 200 в.
3. Наибольший наклон плато 1,5% на 100 в.
4. Наибольший фон в свинцовой защите 15 имп/мин.
5. Напряжение питания на нить счетчика подается от высоковольтного выпрямителя установки типа Б или Б-2 через блок БГС и высоковольтный кабель. Счетчик также может работать с любым пересчетным прибором, у которого возможно заземление отрицательного полюса высокого напряжения.
6. Положение плато счетной характеристики и, следовательно, рабочее напряжение может смещаться в сторону больших или меньших напряжений \sim на 300 вольт в зависимости от температуры жидкости в смесителе, количества ее и скорости тока газа. Перед работой необходимо снять счетную характеристику при постоянстве вышеуказанных факторов и выбрать оптимальное рабочее напряжение.
7. Амплитуда импульса, снимаемого с нити проточного счетчика, в области плато не ниже 0,4 в.
8. Мертвое время счетчика равно $3-4 \cdot 10^{-4}$ сек.
9. Состав смеси: абсолютный этиловый спирт (чистоты 99,6%) 96%;
абсолютный серный эфир 4%.
10. Расход гелия при непрерывной работе составляет около 1 л/час.

11. Счетчик позволяет измерять активность 6 образцов, помещаемых в лунки поворотного диска.

12. Поглощение альфа- и бета-излучения, идущего от образца в счетчик, очень мало. При измерениях бета-излучений малой энергии (радиоизотопов C^{14} , S^{35} и др.) счетчик регистрирует около 90% бета-частиц, испускаемых образцом в направлении окна счетчика.

13. Счетчик СОТ-30-БФЛ позволяет регистрировать часть бета-излучения трития (H^3 , $E_m = 0,018$ мэв) в случае, если образец расположен на расстоянии не более 5 мм от окна счетчика.

14. Счетчик допускает измерение активности порядка 10^{-10} кюри со статистической точностью $\pm 4\%$ в течение 10 минут.

15. Образцы, содержащие активность $2 \cdot 10^{-11}$ кюри, могут быть измерены со статистической точностью $\pm 10\%$. Для изотопов, испускающих жесткое бета-излучение (например, P^{32}), точность измерения малых активностей значительно улучшается.

16. Срок службы счетчика СОТ-30-БФЛ неограничен. При наличии гелия в баллоне и смеси спирта и эфира в пробирке счетчик постоянно готов к работе.

Счетчики СОТ-30-БФЛ изготавливаются экспериментально-механическими мастерскими ТСХА [2].

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ с подставкой в свинцовом домике.
3. Газопоточный счетчик СОТ-80-БФЛ в полном комплекте («2л. счетчик»); лед.
4. Препараты S^{35} и P^{32} на алюминиевых чашечках; эталон U^{238} .
5. Тонкая алюминиевая подставка (26 мг/см²).

Упражнение 7

Работа со счетчиком СОТ-30-БФЛ

Работа ведется по группам из 4—5 курсантов, которым выделяется один счетчик СОТ-30-БФЛ.

Во время знакомства с устройством прибора проверяют наличие жидкой смеси в смесителе и выхлопной пробирке, наполняют льдом сосуд Дюара, открывают краны смесителя и подсоединяют все резиновые коммуникации.

Закрыв предварительно кран редуктора, осторожно открывают (не полностью) кран гелиевого баллона, после чего

плавно вращают винт редуктора до тех пор пока в смесителе не появятся пузырьки газа (для наблюдения пузырьков нужно вынуть смеситель из дюара). Увеличивают ток газа через систему и наблюдают наличие пузырьков в выхлопной пробирке. Утечка газа может произойти в случаях, если плохо подогнаны трущиеся поверхности дисков, отсутствует смазка этих поверхностей, неплотно одеты резиновые трубки или слабо завинчена гайка, крепящая фигурный болт.

Необходимо в течение 3—5 минут проверить, не ослабевает ли ток газа через систему. Контроль производится по скорости появления пузырьков в смесительной и выхлопной пробирках. Затем проверяют ток газа через прибор при вращении поворотного диска. При каждом фиксированном положении диска должны наблюдаться пузырьки газа в обеих пробирках.

После проверки газового режима подсоединяют счетчик к блоку БГС установки Б-2, включают установку Б-2, включают тумблер «Пуск» и устанавливают напряжение $V = 1400$ вольт.

Помещают алюминиевую чашечку с препаратом P^{32} в плексигласовую чашечку, которую устанавливают в лунку среднего диска, находящуюся в секторном вырезе. Вращая поворотный диск по часовой стрелке, сначала переводят препарат в 1 фиксированное положение (под выхлопным штуцером), затем—во 2 положение («наготове») и, наконец,—в 3 положение—под окно счетчика. В каждом промежуточном положении чашечка с препаратом должна продуваться газом в течение 1 минуты для удаления воздуха. Если установка не регистрирует импульсы счетчика, следует прибавить напряжение и определить начало счета, V_n . После этого убавляют ток газа до 5—10 пузырьков в секунду на выхлопной пробирке и продувают систему в течение 3—5 минут.

Затем приступают к снятию счетной характеристики счетчика СОТ-30-БФЛ, используя шаг напряжения через 50 вольт и измеряя при каждом напряжении скорость счета в течение 1 минуты. При наличии удовлетворительного плато ($I \geq 200$ вольт; $\Delta \leq 1,5\%$ на 100 в) устанавливают рабочее напряжение на середине плато. Счетчик готов к работе.

Не изменяя скорости тока газа через систему, переходя к измерению активности препарата P^{32} . Измерения достаточно проводить в течение 2 минут. Затем поворотом диска в следующее фиксированное положение подводят под окно счетчика пустую чашечку и измеряют фон в течение 5 минут.

Аналогично производят измерение активности препарата S^{35} ($t=2$ минуты). Таким образом, каждый курсант в группе по очереди измеряет свои препараты P^{32} и S^{35} , а значение фона счетчика берется общим для всех измерений в данной группе.

По окончании работы со счетчиком СОР-30-БФЛ выключают высокое напряжение, последовательно закрывают винт редуктора и кран гелиевого баллона, закрывают краны смесителя.

Упражнение 2

Сравнение эффективностей счета бета-излучения газопроточным счетчиком СОР-30-БФЛ и торцовым счетчиком Т-25-БФЛ

Те же препараты P^{32} и S^{35} измеряются обычным торцовым счетчиком Т-25-БФЛ.

Установив рабочее напряжение и проведя измерения эталона и фона, определяют скорость счета бета-частиц P^{32} и S^{35} при положении алюминиевой чашечки на 4-й позиции (чашечка с препаратом устанавливается на тонкую алюминиевую подставку—26 мг/см²). Каждое измерение проводить в течение 5 мин. Данные, полученные в 1 и 2 упражнениях, сводятся в таблицу 1.

Напомним, что относительная ошибка определяется по формуле

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{D_{\text{пр}}}{N_{\text{пр}}} \cdot 100\% = \frac{\sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}}}{N_{\text{пр}}} \cdot 100\%$$

Сравнивая значения $N_{\text{пр}}$, полученные для газопроточного и торцового счетчиков, определяют отношение эффективностей счета для случаев жесткого (P^{32}) и мягкого (S^{35}) бета-излучений:

$$\text{для } P^{32}: \frac{N_{\text{пр. сор}}}{N_{\text{пр. т}}} = \dots$$

$$\text{для } S^{35}: \frac{N_{\text{пр. сор}}}{N_{\text{пр. т}}} = \dots$$

Результаты позволяют судить о достоинствах проточного счетчика с открытым окном в отношении регистрации бета-

Таблица I													
Счетчик ССТ-30-БФЛ; $d_{ст} \approx 0$; $V_p = \dots$ вольт; $k=64$; $N_\Phi = \dots$ $\frac{имп}{мин}$							Счетчик Т-25-БФЛ; $d_{ст} = \dots$ $\frac{мг}{см^2}$; $V_p = \dots$ вольт; $k=64$; $N_\Phi = \dots$ $\frac{имп}{мин}$						
Препарат	t, мин	a (b)	n $\frac{имп}{мин}$	N $\frac{имп}{мин}$	$N_{np} = N - N_\Phi$	$D_{np} = \frac{N_{np}}{D_{np}} \cdot 100\%$	Препарат	t, мин	a (b)	n $\frac{имп}{мин}$	N $\frac{имп}{мин}$	$N_{np} = N - N_\Phi$	$D_{np} = \frac{N_{np}}{D_{np}} \cdot 100\%$
p ³²	2						p ³²	5					
S ³⁵	2						S ³⁵	5					

излучения различной энергии. Для мягкого бета-излучения применение счетчика СOT-30-БФЛ дает возможность повысить чувствительность метода на целый порядок величины.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Справочник по дозиметрическим, радиометрическим и электронно-физическим приборам, счетчикам, сцинтилляторам и фотоумножителям», стр. 178. Атомиздат, Москва, 1959.
2. Счетчик «СOT-30-БФЛ». Описание и инструкция (составлено С. П. Целищевым и А. О. Фурманом). Экспериментально-механическая мастерская ТСХА, Москва, 1957.

РАБОТА № 13

ИЗМЕРЕНИЯ АБСОЛЮТНОЙ АКТИВНОСТИ ИСТОЧНИКОВ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ

Относительные измерения со счетчиками

Ранее мы указывали (см. практикум по радиометрии, часть I, работа № 6), что измерения активности радиоактивных препаратов могут быть относительными и абсолютными.

В большинстве исследований с мечеными атомами необходимо, вообще говоря, знать точно только относительные активности изучаемых препаратов. Напомним, что относительные измерения заключаются в сравнении между собой активностей (скоростей счета) серии препаратов одного и того же изотопа или в сравнении активностей измеряемого препарата и стандартного препарата того же самого изотопа.

Необходимыми условиями для правильного проведения относительных измерений бета-активности исследуемых препаратов являются следующие:

- а) одинаковая форма и размеры препаратов (их площадь, толщина);
- б) одинаковое расположение препаратов относительно счетчика;
- в) равномерное распределение радиоактивного вещества по всему объему препаратов;
- г) высушивание препаратов до исчезновения признаков влаги или до постоянного веса;
- д) использование подложек из одного материала и равной толщины;
- е) выполнение всех измерений опыта на одной и той же экспериментальной установке, с одним и тем же счетчиком и одной и той же подставкой для препаратов;
- ж) систематический контроль воспроизводимости показаний прибора;

з) проведение измерений активности образцов по возможности с одинаковой статистической точностью.

При относительных измерениях рекомендуется помещать образцы по возможности дальше от счетчика, так как ошибки, обусловленные некоторым различием во взаимном расположении препаратов и счетчика резко возрастают по мере приближения препарата к счетчику. Для торцового счетчика Т-25-БФЛ расстояние между препаратом и окошком счетчика должно составлять не менее 2 см.

Для устранения ошибки, вызванной самоослаблением бета-излучения слоем препарата, стараются сравнивать либо очень тонкие препараты ($l < 0,2d_{1/2}$), либо бесконечно-толстые препараты ($l > R_M$), так как изготовление препаратов строго одинаковой толщины—весьма трудоемкая операция. В качестве подложек используют обычно слои вещества, соответствующие насыщению обратного рассеяния бета-излучения.

Перед измерениями полезно ориентировочно определить скорости счета препарата с фоном и фона и на основе полученных данных рассчитать время измерения, требуемое для достижения желаемой статистической точности результата.

Если эффективность счета ϕ изменяется в результате замены счетчика, защитного домика и других приспособлений, то следует результаты измерений, полученные в старых условиях, пересчитать по отношению к эталону, измеренному дополнительно в новых условиях. Эталон должен содержать тот же изотоп (или близкий по спектральному составу излучения), который используется в опыте. Систематические измерения скорости счета эталона (воспроизводимость) позволяют также установить факт ухудшения характеристики счетчика или неправильной работы установки.

Если имеется стандартный излучатель, содержащий тот же изотоп, что и исследуемые образцы, то при относительных измерениях можно не вносить поправок на распад радиоактивных образцов во времени. В этом случае упомянутый источник играет роль «свидетеля», так как он теряет активность в такой же степени, как и измеряемые препараты. Сравнивая между собой полученные в каждый момент времени для разных препаратов отношения $\frac{N_{\text{пр}}}{N_{\text{свидетеля}}}$, находят относительное держание радиоактивности в образцах.

Результаты относительных измерений активности выражаются в импульсах в минуту. Эта величина—скорость счета N ,

как нам известно, связана с полным числом частиц $N_{\text{ист}}$, испускаемых препаратом в единицу времени, соотношением:

$$N = \varphi N_{\text{ист}} \quad (1)$$

Изучение факторов, составляющих эффективность счета φ , представляет собой важнейшую задачу радиометрии. Напомним (см. работу № 6) эти факторы, влияющие на результаты измерения бета-активности счетчиком частиц.

$$\varphi = \varphi(K_1, K_2, K_3, K_4, K_5, K_6, K_7, K_8, K_9, K_{10}) \quad (2)$$

- K_1 — поправка на мертвое время,
- K_2 — поправка на фон,
- K_3 — поправка на изменение воспроизводимости показаний эталона,
- K_4 — поправка на эффективность счетчика,
- K_5 — поправка на геометрический фактор,
- K_6 — поправка на поглощение и рассеяние бета-излучения в воздухе и стенке счетчика,
- K_7 — поправка на самоослабление бета-излучения в образце,
- K_8 — поправка на обратное рассеяние от подложки образца,
- K_9 — поправка на схему распада изотопа,
- K_{10} — статистические и другие ошибки измерений.

Все эти факторы (за исключением K_9), а также способы введения поправок, были рассмотрены нами в соответствующих работах.

При относительных измерениях вводятся лишь поправки на мертвое время счетчика (или разрешающее время установки), фон и изменение воспроизводимости показаний при измерении эталона.

Измеренная скорость счета исправляется сначала на мертвое время, затем из результата вычитается фон и, наконец, в случае надобности производится умножение на коэффициент воспроизводимости.

Поправкой на мертвое время K_1 (см. работу № 5), обычно пренебрегают, если скорость счета меньше 2000—3000 *имп/мин*.

Поправку на фон можно не учитывать лишь в исключительных случаях, когда фон настолько мал, что $\frac{N_{\text{ф}}}{N} < 0,05\delta$ (см. работу № 7).

Наконец, при относительных измерениях обязательно вычисление статистической ошибки каждого результата.

Остальные факторы (K_4 , K_5 , K_6 , K_7 , K_8) можно не учитывать только при условии строгого постоянства их действия в течение всего опыта. Изменение хотя бы одного из условий стандартизации опыта требует, вообще говоря, учета всех поправок.

Если счетчик в силу тех или иных причин меняет свою эффективность (изменяется характеристика, растет число ложных импульсов и т. д.), то требуется ввести соответствующую поправку (K_4). Обычно полагают, что собственная эффективность счетчиков для бета-частиц равна 100% ($\epsilon_p = 1$). Изменение эффективности счетчика в ту или другую сторону непосредственно трудно оценить, но оно автоматически учитывается при систематических измерениях эталона, и соответствующая поправка входит в коэффициент воспроизводимости. При относительных измерениях активности γ -источников поправка на изменение эффективности γ -счетчика играет существенную роль (см. работу № 4).

При нарушении во время опыта стандартных геометрических условий (расстояние, телесный угол) все результаты измерений следует привести к одному и тому же значению геометрического фактора η (K_5), как это показано в работе № 6.

Эта же причина, а также смена счетчика требуют введения поправки (K_6) на поглощение и рассеяние бета-частиц по пути в чувствительный объем счетчика (см. работу № 9).

Поправка на самоослабление (K_7) вводится, если сравниваются источники различной толщины (в мг/см^2), а поправка на обратное рассеяние (K_8)—если препараты помещаются на разных подложках (см. работу № 11).

Поскольку относительные измерения предполагают сравнение активности источников, содержащих один и тот же изотоп, поправка на различие в схемах распада атомных ядер (K_9) здесь не рассматривается.

Если же сравниваются активности источников, содержащих разные изотопы, то даже при полной тождественности условий измерений необходимо вводить поправки K_6 , K_7 , K_8 и (в случае разных схем распада) K_9 .

Несмотря на обилие рассмотренных факторов, относительные измерения проводятся сравнительно просто, поскольку стандартизация условий опыта легко осуществима, и поэтому результаты измерения скорости счета N обыч-

но требуется исправить только на мертвое время и фон, а также вычислить ошибки.

Если при относительных измерениях эталоном сравнения является препарат с известной абсолютной активностью— стандарт, то от результатов отдельных измерений легко перейти к абсолютной активности исследуемых образцов. Для этой цели проводится градуировка счетной аппаратуры по стандартам, приготавливаемым для каждого изучаемого изотопа. Суть градуировки состоит в нахождении коэффициента перехода от измеренного на установке числа импульсов стандартного излучателя к полному числу частиц, испускаемых стандартом, т. е. в нахождении эффективности счета ϕ .

Абсолютные измерения бета-активности

Необходимость абсолютных измерений. Методы определения активности, основанные на подсчете полного числа распадающихся ядер, носят название абсолютных методов. Абсолютная активность препаратов выражается, как известно, в единицах радиоактивности— *кюри, милликюри, микрокюри*.

В биологических исследованиях с применением радиоактивных изотопов нередко возникает необходимость определить абсолютную активность как исходных радиоактивных веществ, используемых в эксперименте, так и получаемого в опыте биологического материала. Если требуется приготовить радиоактивный раствор с заданной удельной активностью, то в этом случае желательно (независимо от паспорта) измерить абсолютную активность исходного раствора и произвести нужное разведение.

Знание полного числа испускаемых источником ионизирующих частиц очень важно для целей радиобиологии, изучающей действие ядерных излучений на биологические объекты. Оценка действия радиации при введении радиоактивных веществ внутрь организма человека, животного или растения, вопросы поглощения энергии излучения в облучаемых объектах, проблемы дозиметрии, имеющие актуальное значение в современной биологии, медицине и химии, предусматривают в конечном счете знание абсолютной активности применяемых изотопов.

Связанное с абсолютной активностью число радиоактивных ядер в образце может служить индикатором нейтронного потока, в котором был облучен образец.

Таким образом, в целом ряде задач исследователь не мо-

жет удовлетвориться относительными результатами—он должен дать ответ на вопрос об абсолютном содержании радиоактивности в изучаемых объектах.

Методы абсолютных измерений. Абсолютные измерения активности источников β - и γ -излучений могут осуществляться методами, основанными на счете отдельных частиц (или квантов) и на измерении интенсивности излучений. К последним относятся: определение абсолютной активности путем измерения ионизации, создаваемой бета-частицами, вылетающими из внутренней стенки ионизационной камеры (метод камеры Грея с радиоактивными стенками)^[2]; определение активности путем измерения дозы бета-излучения на пограничной поверхности водного раствора^[2]; измерения с помощью калориметра^[2]; измерения по току с помощью пропорционального счетчика и др. Эти методы требуют знания средней энергии бета-излучения (или квантов) исследуемого препарата и уступают в точности методам, основанным на счете отдельных частиц.

Методы, использующие регистрацию отдельных частиц, более распространены и обладают большой универсальностью. К ним относятся: метод β - γ совпадений^[4], метод фотографических эмульсий, метод торцового счетчика с фиксированной геометрией^[1,3], метод 4 π -счетчика^[3, 4, 5] и др.

Рассмотрим особо два наиболее распространенных в современной радиометрии метода — метод торцового счетчика с фиксированным телесным углом и метод 4 π -счетчика. Этими методами выполняется задание настоящей работы по определению абсолютной активности бета-препарата, приготовленного из исследуемого радиоактивного раствора.

Метод торцового счетчика с фиксированной геометрией. В практике биологических лабораторий абсолютную активность бета-излучателей в большинстве случаев определяют при помощи торцового счетчика. Этот метод прост по идее и при соблюдении необходимых условий дает достаточно точные результаты. В методе используется обычная счетная аппаратура, имеющаяся в каждой изотопной лаборатории, что делает его доступным широкому кругу исследователей.

Абсолютная активность (полное число распадов в единицу времени) измеряется в условиях «фиксированной геометрии». Для этого радиоактивный образец помещают на некотором расстоянии (>20 мм) от окна счетчика на продолжении его оси. Образец для измерения готовится в виде небольшого «пятна» (диаметром 2—3 мм), имеющего малую

Напомним, что в работе № 6 мы уже проводили грубое определение абсолютной активности препарата P^{32} этим методом, учитывая только геометрический фактор η и игнорируя другие факторы, с которыми мы теперь знакомы.

Радиоактивный препарат излучает бета-частицы по всем направлениям в пространство—1 и 2. Некоторая доля всех бета-частиц заключена в пределах эффективного телесного угла, вырезаемого счетчиком (а точнее — диафрагмой). Из

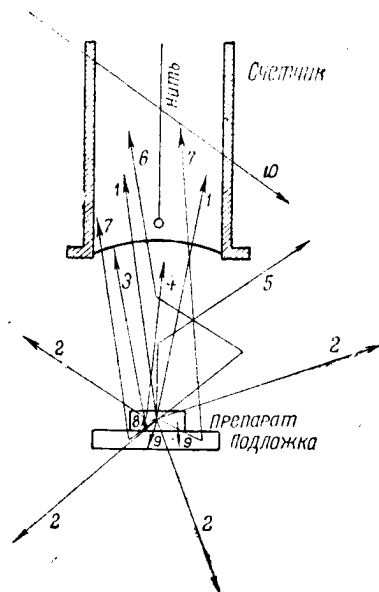


Рис. 44. Схема, поясняющая действие некоторых факторов, влияющих на результаты измерения активности (обозначения — в тексте).

них наряду с частицами, непосредственно проходящими в счетчик—1, всегда имеются частицы, которые испытывают поглощение в самом препарате — 8, окне счетчика — 3 и слое воздуха между препаратом и счетчиком — 4. Некоторые бета-частицы в результате многократного рассеяния в воздухе уходят из данного телесного угла—5; другие — наоборот, попадают в счетчик, будучи первоначально испущенными в иных направлениях — 6. К последним также относятся частицы, претерпевающие обратное рассеяние от подложки,—7. Если толщина подложки больше толщины насыщения, то обратное рассеяние перестает нарастать вследствие поглощения бета-частиц в материале подложки — 9. И наконец, частицы, пронизывающие счетчик независимо от излучения препарата, создают фон счетчика — 10.

Абсолютные измерения требуют определения поправок с большой точностью. Очевидно, что чем меньше сами поправки, тем меньше ошибки при определении этих поправочных коэффициентов влияют на общую точность измерения. Поэтому, применяя специальные приемы, стремятся создать такие условия, при которых отдельными поправками можно пренебречь.

Резюмируем вопрос о поправках при определении абсолютной активности бета-излучающих изотопов методом торцового счетчика.

1. Мертвое время счетчика (разрешающее время счетной установки). Поправка на мертвое время вносится в величину регистрируемой скорости счета N прежде всех остальных поправок. Поправка на мертвое время определяется, как известно, по формуле:

$$K_{\tau} = \frac{1}{1 - N \cdot \tau}, \quad (3)$$

а исправленная скорость счета, соответственно:

$$N_0 = NK_{\tau} = \frac{N}{1 - N\tau} \quad (4)$$

Величина мертвого времени τ близка к $3 \cdot 10^{-4}$ сек. $\approx 5 \cdot 10^{-6}$ мин. Поправка K_{τ} не превышает 1%, если скорость счета $N \leq 2000$ имп/мин.

2. Фон счетчика. Фон всегда вычитается после введения поправки на мертвое время.

$$J = N_{\text{пр}} = N_0 - N_{\text{ф}} \quad (5)$$

Если общий фон включает в себя фон от γ -излучения препарата, необходимо снять кривую поглощения бета-частиц; тогда остаточная после поглощения бета-частиц активность будет принадлежать γ -компоненте.

Для уменьшения фона и его вариаций следует счетчик помещать в свинцовую защиту с толщиной стенок ~ 5 мм.

3. Воспроизводимость показаний прибора. Для абсолютных измерений следует обеспечить 100%-ю воспроизводимость показаний, что предполагает стабильную работу счетчика и установки и постоянство расположения всех деталей. Разумеется, для получения достоверных результатов нужно пользоваться торцовым счетчиком хорошего качества, имеющим длинное плато (> 250 вольт) с нулевым наклоном.

4. Эффективность ϵ_β счетчика к бета-лучам. Счетчик должен регистрировать все бета-частицы, попадающие в его чувствительный объем, и не должен давать ложных импульсов, не связанных с попаданием в него частиц ($\epsilon_\beta = 1$). Первому условию (100%-ная регистрация) удовлетворяют почти все самогасящиеся счетчики Гейгера-Мюллера. Диафрагмирование пучка бета-частиц, благодаря которому все частицы проходят в глубину чувствительного объема счетчика, дополнительно снижает вероятность просчета. Второму условию (отсутствие ложных импульсов) удовлетворяют только те счетчики, у которых плато характеристики при достаточной протяженности практически не имеет наклона. В этом случае колебания эффективности счетчика обычно лежат в пределах общих аппаратурных ошибок и можно положить $\epsilon_\beta = 1$.

5. Геометрический фактор η . Геометрический фактор для случая торцового счетчика определяется по формуле:

$$\eta = 0,5 \left[1 - \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{r^2}{h^2}}} \right] \quad (6)$$

где r — радиус отверстия, а h — расстояние от препарата до верхнего края диафрагмы (см. работу № 6).

В случае точечного источника, находящегося на расстоянии 2—3 см от счетчика, погрешность в определении относительного телесного угла, вырезаемого диафрагмой, можно считать равной 1—2%.

Поправка на геометрический фактор вводится после учета поправок на мертвое время и фон.

6. Поправка на поглощение и рассеяние бета-излучения в стенке (окошке) счетчика и в слое между препаратом и счетчиком. В работе № 9 указывалось на трудности при определении этой поправки. Поправка на поглощение определялась нами либо по формуле:

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu z_{\text{эфф}}} \quad (7)$$

где $z_{\text{эфф}} = (\rho_v \cdot x_v + \rho_{\text{ст}} \cdot x_{\text{ст}})_{\text{эфф}}$, либо графическим экстраполированием кривой поглощения к нулевой толщине. Однако неэкспоненциальный характер поглощения бета-частиц в тонких слоях вещества [3] ставит под сомнение справедливость такого способа введения поправки. Это в первую очередь относится к бета-излучению малой энергии. В таблице 1 приводятся значения поправок на поглощение бета-излучения C^{14} , S^{35} , Ca^{45} и Tl^{204} , полученных автором при помощи методики, описанной в указанной работе [3] для случая, когда геометрический фактор $\eta = 0,08$ (точечный источник расположен на расстоянии 15 мм от диафрагмы диаметром 19,45 мм).

Таблица 1
Поправка на поглощение $K_{\text{погл}}$ бета-излучения ($\eta = 0,08$)

Эффективная толщина поглотителя, мг/см ²	C^{14}	S^{35}	Ca^{45}	Tl^{204}
0	1,000	1,000	1,000	1,000
1	0,617	0,645	0,748	0,839
2	0,427	0,483	0,613	0,775
3	0,322	0,373	0,531	0,743
4	0,242	0,288	0,459	0,712
5	0,183	0,223	0,397	0,682
6	0,137	0,172	0,347	0,653
7	0,103	0,133	0,304	0,626
8	0,077	0,103	0,264	0,599

Табличные значения $K_{\text{погл}}$ существенно отличаются от вычисленных по формуле (7).

В случае жесткого бета-излучения (P^{32} , Sr^{90} и др.) поправ-

ка на поглощение в воздухе и окне торцового счетчика невелика при ее определении достаточно воспользоваться формулой (7).

7. Самоослабление бета-излучения в образце. Коэффициент самоослабления $s = \frac{J}{J_0}$ (см. работу № 11) определяется либо по формуле

$$s = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} \quad (8)$$

для препаратов толщиной $d_{1/2} < l < R_m$, либо экспериментальным путем. При абсолютных измерениях рекомендуется вообще исключать поправку на самоослабление путем приготовления чрезвычайно тонких препаратов, толщина которых меньше $\frac{d_{1/2}}{100}$. Ошибка, вносимая при этом допущении, составит менее 1%.

8. Обратное рассеяние от подложки. Коэффициент обратного рассеяния $q = \frac{J_0 + \Delta J_0}{J_0}$ определяется экспериментально—сравнением скоростей счета источников, нанесенных на очень тонкую пленку и на подложку из определенного материала данной толщины. В условиях эксперимента коэффициент q может принимать значения, большие или равные единице, $q \geq 1$. Если коэффициент самоослабления s заметно отличен от единицы (достаточно толстый препарат), то поправку на обратное отражение q вводить не следует. При точных абсолютных измерениях рекомендуется приготавливать очень тонкие подложки (из органической пленки), толщина которых $d < 100$ мкг/см², и пренебрегать рассеянием бета-излучения в них.

9. Схема распада изотопа. Поправка на схему распада не вводится, если бета-излучение данного изотопа имеет простой спектр ($P=1$). В общем случае при измерении активности по скорости бета-счета нужно учитывать, что в одном акте распада в среднем может испускаться либо меньше одной бета-частицы (разветвленная схема распада), либо больше одной (конверсионные электроны). Например, распад ядра Ce^{141} происходит в 30% случаев с испусканием бета-частицы ($E_m = 0,56$ мэв), а в 70% случаев—с испусканием бета-частицы ($E_m = 0,41$ мэв) и гамма-кванта с энергией $h\nu = 0,45$ мэв. Гамма-переход генерирует конверсионные элект-

роны e^- с коэффициентом конверсии $\alpha = 23\%$. Таким образом, вероятности испускания бета-частиц 1-го, 2-го—переходов и электронов внутренней конверсии находятся в соотношении: $p_1 : p_2 : p_{e^-} = 0,3 : 0,7 : 0,16$, а общее число электронов, приходящихся на один распад составляет

$$P_\beta = 1,16 \frac{\text{частиц}}{\text{распад}},$$

т. е. больше единицы.

Сложный спектр бета-излучения принимается во внимание также при расчете поправок $K_{\text{погл}}$, s и q , ибо эффекты поглощения и рассеяния зависят от энергии парциальных бета-спектров. Для каждого парциального бета-спектра p_i следует определить, вообще говоря, свои значения поправок $K_{\text{погл}}$, s и q .

10. Статистические и другие ошибки измерений. Статистическую ошибку при измерении скорости счета можно сделать малой, увеличивая время измерения:

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{100\%}{N - N_{\text{ф}}} \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}} \quad (9)$$

Целесообразно предварительно, на основании грубого измерения скорости счета, рассчитать оптимальную продолжительность измерений, обеспечивающую заданную точность $\delta_{\text{пр}}$ (см. работу № 7). Труднее учесть ошибки при определении всех указанных поправок. Погрешность в определении геометрического фактора при диафрагмировании пучка бета-частиц можно сделать не более 2%. Ошибка в определении $K_{\text{погл}}$ составляет обычно менее 1% в случае $E_m > 1 \text{ мэв}$, 2—3% для $E_m \sim 0,5 \text{ мэв}$, и 5—10% для $E_m \sim 0,2 \text{ мэв}$. При работе с очень тонкими препаратами, нанесенными на практически «не отражающую» подложку общая ошибка абсолютных измерений активности бета-препаратов этим методом составляет около 3—4% для $E_m > 1 \text{ мэв}$ и 10—15% для $E_m \sim 0,2 \text{ мэв}$.

При условии калибровки торцового счетчика по данным измерения абсолютной активности эквивалентного образца в 4π -счетчике (см. работу С. П. Целищева и А. О. Фурмана [3]) максимальная погрешность может быть снижена до 3—5%.

Конечно, приведенная классификация условий измерений до некоторой степени искусственна. Например, поправки на поглощение, самоослабление и обратное рассеяние зависят от величины геометрического фактора и являются взаимосвязан-

ными. Поэтому необходимо учитывать все поправки одновременно.

Обозначая, как всегда, скорость счета, исправленную на мертвое время и фон, через $N_{пр}$ (или через J), имеем:

$$N_{пр} = N \cdot K_{\tau} - N_{ф} \quad (10)$$

Эта скорость счета связана с величиной абсолютной активности A (распадов в минуту) при помощи коэффициента пропорциональности F :

$$N_{пр} = F \cdot A \quad (11)$$

откуда

$$A = \frac{N_{пр}}{F} \quad (12)$$

Эффективность счета F в отличие от ранее введенной величины ϵ связывает исправленную скорость счета с абсолютной активностью. Этот коэффициент должен включать весь комплекс взаимосвязанных поправок на эффективность счетчика, величину телесного угла, поглощение, самоослабление, обратное отражение и, в случае надобности, на схему распада изотопа. Поэтому, полагая

$$F = \epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{\text{пол}} \cdot s \cdot q, \quad (13)$$

окончательно имеем:

$$A = \frac{N_{пр}}{\epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{\text{п}} \cdot s \cdot q} \frac{\text{распадов}}{\text{минуту}} \quad (14)$$

Активность в микроюри получим, разделив это выражение на число актов распада в 1 минуту для 1 микроюри, равное $2,22 \cdot 10^6$:

$$A = \frac{N_{пр}}{2,22 \cdot 10^6 \cdot \epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{\text{п}} \cdot s \cdot q} \text{микроюри} \quad (15)$$

В случае сложного бета-спектра или смеси бета-излучателей произведение $P \cdot K_{\text{п}} \cdot s \cdot q$ вычисляется для каждой компоненты в отдельности и результаты складываются; тогда формула (15) приобретает следующий вид:

$$A = \frac{N_{пр}}{2,22 \cdot 10^6 \cdot \epsilon_{\beta} \cdot \eta (p_1 k_1 s_1 q_1 + p_2 k_2 s_2 q_2 + \dots)} \text{микроюри} \quad (16)$$

Последнее выражение имеет место в случае, когда известны значения коэффициентов p , k , s , q для каждой энергетической компоненты. Если же какой-либо из этих коэффициентов определен экспериментально для данного изотопа со сложным спектром (или для данной смеси изотопов), то этот коэффициент входит множителем перед скобками в знаменателе формулы (16), так как он является теперь общим для всех компонент. Если экспериментально найдены все коэффициенты k , s , q , то в скобках остается лишь сумма коэффициентов, характеризующих схему распада ($p_1 + p_2 + p_3 + \dots$).

Метод 4 π -счетчика. Разные типы 4 π -счетчиков и принцип их работы описаны в литературе [4, 5]. Общим для всех 4 π -счетчиков является то, что радиоактивный образец, абсолютная активность которого подлежит определению, вносится внутрь чувствительного объема счетчика, что позволяет регистрировать излучение, испускаемое во всех направлениях, т. е. в пределах полного телесного угла 4 π . Это же дает возможность исключить введение поправок на геометрию, поглощение и обратное рассеяние бета-излучения. Поправки на самопоглощение и поглощение излучения в несущей пленке можно исключить путем приготовления образца в виде очень тонкого слоя (< 50 мкг/см²), помещаемого на пленку толщиной 10—30 мкг/см².

Если отвлечься от вопросов техники измерения, то применение 4 π -счетчика не встречает никаких трудностей принципиального характера. Должно быть поставлено только одно условие, выполняющееся, впрочем, почти для всех радиоактивных изотопов: на распад одного ядра должна быть испущена, по крайней мере, одна частица, которая неверняка вызовет срабатывание счетчика, т. е. β^- или β^+ -частица. Дополнительные частицы или кванты, сопровождающие бета-испускание (электроны конверсии, γ -линии, аннигиляционное излучение), не создают помех, так как вызванные ими импульсы совпадают и сливаются с импульсами бета-частиц. Не нужно знать даже схемы распада, в этом заключается особое преимущество метода.

Таким образом, 4 π -счетчик позволяет непосредственно регистрировать практически все акты распада радиоактивных ядер, происходящие в измеряемом образце. Формула (15) для определения абсолютной активности методом 4 π -счетчика приобретает чрезвычайно простой вид:

$$A = \frac{N_{\text{пр. } 4\pi}}{2,22 \cdot 10^6} \text{ мккюри} \quad (17)$$

где $N_{\text{пр. 4л}}$ — как обычно, скорость счета, исправленная на мертвое время и фон 4л-счетчика. Поправку на мертвое время, которая требует вычисления, можно также исключить путем применения малоактивных препаратов, дающих в 4л-счетчике скорость счета, не превышающую 2000 *имп/мин*.

Не останавливаясь на различных вариантах 4л-счетчиков, в частности на специальных вопросах конструкции, касающихся оптимальной формы электрического поля в счетчике, расположения подложки с препаратом, режима работы и т. д., опишем кратко устройство и основные особенности 4л-счетчика, имеющегося в нашей лаборатории.

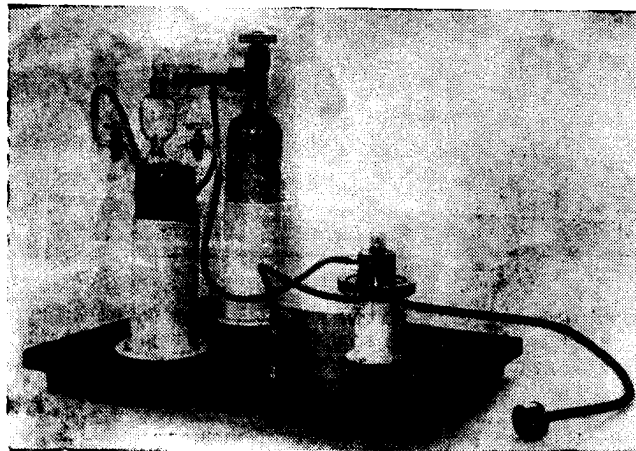


Рис. 45. Счетчик для абсолютных измерений СА-4л-БФЛ (внешний вид). Выпускается экспериментально-механической мастерской ТСХА.

Внешний вид счетчика СА-4л-БФЛ, сконструированного в Биофизической лаборатории ТСХА [6], представлен на рис. 45. Собственно 4л-счетчик изображен в правой части рисунка в металлической подставке. Баллон с гелием (на заднем плане) и дюар со смесительной пробиркой уже знакомы нам по счетчику СОТ-30-БФЛ (см. работу № 12) и сразу наводят на мысль, что 4л-счетчик работает в газопоточном режиме. Состав газовой смеси (гелий, спирт и эфир) такой же, как и в случае счетчика СОТ-30-БФЛ.

На рис. 46 4л-счетчик показан в собранном и разобранном виде, а на рис. 47 дан его схематический разрез.

Счетчик представляет собой разборную конструкцию, состоящую из двух стальных никелированных цилиндров 1 (см. рис. 47), образующих при сборке катод счетчика. С наружных торцов в цилиндры ввернуты плексигласовые (или пластмассовые) изоляторы 3 и 4. В одном из них на резьбе укреплен ме-

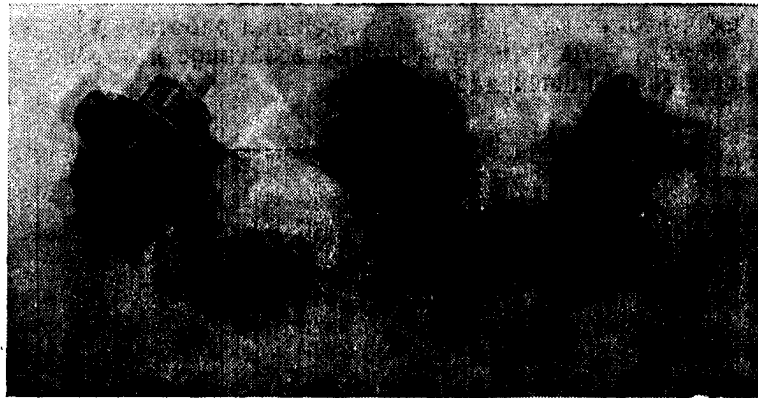


Рис. 46 4л-счетчик в собранном и разобранном виде. Внизу, слева направо: предохранительный колпачок, шайба и пружина для крепления нити, кольца с тонкой пленкой, на которую наносится измеряемый препарат.

таллический колпачок 8, на который подается высокое напряжение. В колпачке крепится вольфрамовая нить (0,15 мм) 6, оканчивающаяся стеклянной бусинкой. Когда счетчик собран, нить проходит в отверстие второго изолятора, крепится за бусинку шайбой 12 и натягивается пружиной 11. Пружина помещается в кольцевой выточке втулки 10. Поверх крепящего устройства навинчивается плексигласовый колпачок 13. Пружина, шайба и колпачок видны слева на переднем плане рисунка 46.

Для установки радиоактивного образца в 4л-счетчик применяется металлическое кольцо 5, несущее тонкую органическую пленку 9 (см. также справа внизу рис. 46), приготовленную описанным ниже способом.

Пленка, на которой помещен образец 7, имеет в центре отверстие, сквозь него проходит нить—анод счетчика.

При сборке 4л-счетчика пропускают нить в отверстие пленки, а кольцо с пленкой надевают на бортик нижнего цилиндра (см. рис. 47а). Затем пропускают нить в воронку верхней крышки и совмещают направляющие штифты верхней половины с соответствующими отверстиями нижней половины счетчика. Соединительным кольцом 2 свинчивают обе части счетчика, при помощи пружины и шайбы натягивают нить и,

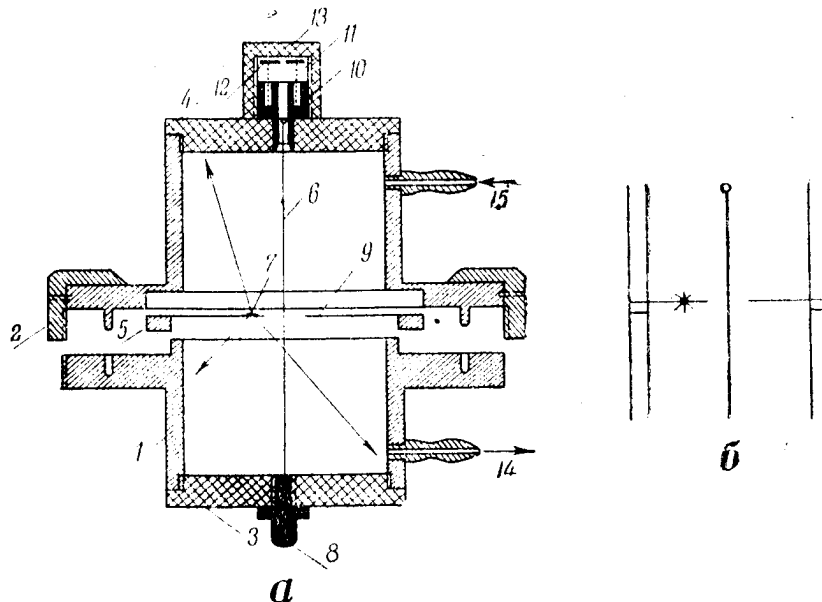


Рис. 47а. Схематический разрез 4л-счетчика (обозначения — в тексте).
б. Положение радиоактивного препарата внутри 4л-счетчика.

наконец, навинчивают плексигласовый колпачок. Когда счетчик собран, он представляет собой единый цилиндр; в средней плоскости его поперечного сечения находится пленка с образцом (см. рис. 47б).

Как указывалось, 4л-счетчик данной конструкции работает в проточном режиме. Рабочая газовая смесь поступает из смесителя по резиновой трубке в штуцер 15, проходит через счетчик и выходит через штуцер 14 на выхлопную пробирку. Счетчик СА-4л-БФЛ работает в области Гейгера со стандартной регистрирующей аппаратурой типа Б или Б-2. Краткие технические данные счетчика СА-4л-БФЛ:

1. Счетчик типа СА-4л-БФЛ служит для измерения абсолютной активности растворов, содержащих радиоактивные изотопы, испускающие бета-излучение в интервале энергий от 100 кэв и выше.

2. Напряжение начала счета

при t смеси 20°C 1700—1800 в.

при t смеси 0°C 1500—1600 в.

3. Наименьшая протяженность плато 200 вольт.

4. Наибольший наклон плато на 100 в. 1,5%.

5. Наибольший фон 60 имп/мин.

6. Мертвое время при работе в области Гейгера 3—
4 · 10⁻⁴ сек.

7. Амплитуда импульса, выдаваемого 4л-счетчиком, работающим в области Гейгера не ниже 0,4 в.

8. 4л-счетчик в сочетании с широкополосным усилителем импульсов может работать также в области пропорционального счета.

9. Состав рабочей газовой смеси: гелий + смесь этилового спирта и серного эфира. В смесительную пробирку наливается 20—30 мл готовой смеси абсолютного спирта и эфира в объемном соотношении 96% и 4%.

Наилучший режим работы—при 0°C. Однако счетчик работает и при комнатной температуре. Оптимальная скорость течения газа, проходящего через систему, отвечает примерно 5—10 пузырькам в секунду на выхлопной пробирке. Расход гелия при непрерывной работе около 1 литра в час.

10. Показателем правильного выбора количества и температуры смеси, а также скорости тока газа является наличие длинного горизонтального плато характеристики 4л-счетчика. Перед каждым новым измерением рекомендуется проверять плато счетчика.

11. Ошибка в определении абсолютной активности бета-излучающих образцов главным образом связана с поглощением бета-частиц в материале образца и его подложке. Эта ошибка зависит от энергии излучения и толщины образца и пленки, а также определяется неточностью при измерении объема капли радиоактивного раствора, взятой для приготовления образца.

При соблюдении специальной методики (см. ниже) приготовления радиоактивных образцов толщиной не более 50 мкг на 1 см² и тонких органических пленок толщиной 10—30 мкг на 1 см² точность определения абсолютной бета-активности

изотопов можно довести до 2—3% для жесткого бета-излучения и 3—5% для мягкого бета-излучения.

12. Наличие внутри счетчика непроводящей органической пленки с радиоактивным образцом практически не искажает симметрию электростатического поля счетчика, т. к. пленка расположена по обе стороны нити вдоль силовых линий поля. Эффекты поляризации и зарядки пленки с образцом (если они имеют место) не сказываются на счетных качествах счетчика. Это подтверждается высокой стабильностью отсчетов 4π-счетчика при данном напряжении и постоянством плато счетной характеристики при прочих равных условиях. Наличие хорошего плато является показателем того, что эффективность счетчика к регистрации бета-частиц практически не отличается от 100% (отсутствие ложных импульсов). Счетчики СА-4π-БФЛ изготавливаются экспериментально-механическими мастерскими ТСХА.

Приготовление тонких пленок и образцов. Тонкие пленки, играющие роль подложек для радиоактивных образцов, изготавливаются методом растекания по стеклу раствора плексигласа в дихлорэтано. 20 миллиграммов мелких плексигласовых стружек растворяют в течение 8—10 часов в 20—25 см³ дихлорэтана. Затем 10—15 см³ этого раствора наливают на чистую, предварительно протертую эфиром и просушенную поверхность стекла размером 18×24 см². Покачиванием стекла добиваются равномерного растекания раствора по всей поверхности. После испарения дихлорэтана на стекле остается тонкая интерферирующая плексигласовая пленка, которая затем ланцетом нарезается на квадраты с таким расчетом, чтобы размеры их были несколько больше диаметра поддерживающих колец 4π-счетчика. Стекло с надрезанной пленкой помещают затем в плоскую кювету, в которую постепенно наливают воду. Квадраты пленки начинают отставать от стекла и всплывают на поверхность воды. Под пленку с помощью изогнутой свинцовой пластинки подводят кольцо, на которое «ловят» пленку. Затем пленка сушится, после чего при помощи нагретого круглого железного стержня в центре пленки прожигается отверстие диаметром 10—12 мм. Такие пленки на кольцах видны на рис. 46. Этим способом можно приготовить пленки толщиной 20—40 мкг/см². Растворяя меньшее количество плексигласа, можно при некотором навыке получать более тонкие пленки.

Для определения абсолютной активности исследуемого радиоактивного раствора капли этого раствора наносят на

вышеупомянутую пленку. Для этой цели лучше всего пользоваться пипеткой на 0,2 мл, конец которой предварительно вытягивается на газовой горелке в тонкое «жало». Такая градуированная пипетка позволяет получать небольшие стандартные капли определенного объема (5—10 мм³). Две-три капли радиоактивного раствора, разбавленного в известное число раз с тем, чтобы не получить слишком большой скорости счета в 4л-счетчике, наносятся на пленку в разных местах на расстоянии ≈ 5 мм от отверстия и высушиваются при комнатной температуре. После испарения капли на пленке остается «пятно» диаметром 2—3 мм, имеющее поверхностную плотность менее 50 мкг/см² (при содержании носителя в рабочем растворе порядка 0,5—0,7 мг на 1 мл) и более или менее равномерное по толщине. Самопоглощение бета-излучения в столь тонких слоях можно не принимать во внимание даже в случае мягкого излучения C^{14} и S^{35} (оценка поглощения бета-частиц C^{14} в кристалликах такого образца дает значение, не превышающее 2% от общего числа частиц).

Подробнее о счетчике СА-4л-БФЛ и о порядке работы с этим счетчиком можно ознакомиться по описанию и инструкции «Счетчик СА-БФЛ» [6].

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Счетчик Т-25-БФЛ с подставкой в свинцовом домике.
3. Счетчик СА-4л-БФЛ. Баллон с гелием. Смесь спирта и эфира. Лед.
4. Кольцо с пленкой, несущей препарат P^{32} (S^{35}) (выпаренная капля известного объема).
5. Кольцо с пленкой без препарата.
6. Урановый эталон.
7. Препарат P^{32} (S^{35}) на алюминиевой чашечке (объемы капель, нанесенных на пленку и алюминиевую чашечку, одинаковы).
8. Алюминиевая подставка (26 мг/см²).
9. Алюминиевая диафрагма с отверстием диаметром 20 мм.
10. Плексигласовая подставка с круглой выточкой.
11. Линейка, штанген-циркуль, миллиметровая бумага.
12. Математический справочник, таблицы e^{-x} и e^x .

Упражнение 1

Измерение абсолютной активности препарата P^{32} (S^{35}) методом 4л-счетчика

С 4л-счетчиками работа ведется по группам (каждая группа включает 5—6 курсантов). После ознакомления с устройством счетчика СА-4л-БФЛ каждая группа получает кольцо с пленкой и препаратом и такое же кольцо без препарата (для

измерения фона). Каждый курсант получает, кроме того, алюминиевую чашечку с препаратом, приготовленным из того же раствора и тем же способом, как в случае препарата на пленке. Объемы капель v мл, взятых для получения того и другого препарата, одинаковы и сообщаются преподавателем, наряду с наименованием изотопа, перед началом работы.

Поместить препарат в 4л-счетчик и подготовить последний к работе, согласно инструкции. После продува счетчика газом в течение 10 минут определить начальное напряжение V_n и выбрать рабочее напряжение (обычно $V_p = V_n + 100$ вольт). Для контроля стабильности работы 4л-счетчика провести пятикратное измерение скорости счета по 1 минуте при рабочем напряжении.

Препарат (P^{32} или S^{35}) измеряется в течение 5 минут. Затем нужно разобрать 4л-счетчик (предварительно снять напряжение!), вынуть кольцо с препаратом, поставить на его место кольцо с «пустой» пленкой и снова собрать счетчик. После 5-минутного продува измеряется фон 4л-счетчика при $V = V_p$ в течение 5 минут. Результаты измерений заносятся в таблицу 2.

Таблица 2
Абсолютные измерения в 4л-счетнике СА-БФЛ

$V_n = \dots \dots \dots$ вольт; $V_p = \dots \dots \dots$ вольт; $k = 64$

Препарат $\dots \dots \dots$ Объем капли $v = \dots \dots \dots$ мл

Дата	$t_{\text{мин}}$	$a(b)$	n имп	N имп/мин	$N_0 = NKt$	$t_{\text{ф}}$ мин	$n_{\text{ф}}$ имп	$N_{\text{ф}}$ имп/мин	$N_{4\pi} = N_0 - N_{\text{ф}}$ имп/мин
	5					5			

При необходимости ($N > 2000$ имп/мин) поправку на мертвое время учесть по формуле (4), приняв для 4л-счетчика $\tau = 3,6 \cdot 10^{-4}$ сек. $= 6 \cdot 10^{-5}$ мин. Окончательные результаты записать в виде:

$N_{4\pi} = \dots \dots \dots \pm \dots \dots \dots$ имп/мин

$A_{4\pi} = \dots \dots \dots$ микрокюри.

Удельная активность раствора $a_v = \frac{A}{v} = \dots \dots \dots$ мккюри/мл

Упражнение 2

Калибровка торцового счетчика Т-25-БФЛ по 4π-счетчику СА-4π-БФЛ. Определение эффективности счета F

Препарат P^{32} (S^{35}) на алюминиевой чашечке поместить в гнездо плексигласовой подставки, которую установить на 4-ю позицию «этажерки» в свинцовом домике (стандартные условия). Измерить скорость счета препарата со статистической точностью не хуже 2%. При измерении фона убрать алюминиевую чашечку с препаратом, оставив на месте плексигласовую подставку.

Заполнить таблицу по следующей форме.

Таблица 3

Измерение активности препарата в стандартных условиях при помощи торцового счетчика Т-25-БФЛ

Счетчик Т-25-БФЛ № ; $d_{ст} =$ мг/см²;

$V_p =$ вольт; $k=64$; позиция № 4; препарат на А1-чашечке в плексигласовой подставке; $\delta_{пр} = 2\%$.

t мин	a (b)	n имп	N имп/мин	$N_0 = NKt$ имп/мин	$t_{ф}$ мин	n _ф имп	$N_{ф}$ имп/мин	$N_T = N_0 - N_{ф}$ имп/мин	$D_{пр}$ имп/мин	$\delta_{пр} \%$

Поправку на мертвое время, по-видимому, здесь не нужно вводить, так как должно быть $N < 2000$ имп/мин. Если это условие не соблюдается, то поправка вводится по соответствующей таблице для данного торцового счетчика, имеющейся у каждого курсанта (см. работу № 5).

Результат записать в виде: $N_T = \pm \frac{\text{имп}}{\text{мин}}$
Вычислить эффективность счета F, пользуясь данными 1 и 2 упражнений:

$$F = \frac{N_T}{N_{4\pi}} = \dots$$

Определить число импульсов в минуту при измерении активности данного препарата в стандартных условиях на торцовом счетчике, соответствующее 1 микроюри:

$$B = \frac{N_T}{A_{4\pi}} = \dots \dots \dots \frac{\text{имп./мин}}{\text{мкюри}}$$

Упражнение 3

Определение абсолютной активности препарата . . . методом торцового счетчика с фиксированной геометрией

Чашечку с препаратом установить на центр алюминиевой пластинки, которая помещается на 4-ю позицию «этажерки». Алюминиевую диафрагму поместить на 1-ю позицию. Произвести измерения активности препарата, набирая не менее 5000 импульсов ($\delta_{\text{пр}} \leq 1,5\%$); для этого предварительно рассчитать продолжительности измерений t и $t_{\text{ф}}$.

Определить абсолютную активность препарата (см. формулу 15) в микроюри. При вычислении необходимых поправок иметь в виду следующее:

а) радиус диафрагмы r и расстояние от препарата до верхнего края диафрагмы h измерять при помощи штанген-циркуля с точностью до 0,1 мм;

б) геометрический фактор η определять с точностью до третьего знака после запятой;

в) при расчете поправки на поглощение $K_{\text{п}}$ воспользоваться экспоненциальной зависимостью $K_{\text{п}} = e^{-\mu z_{\text{эфф}}}$, где μ берется из результатов соответствующего упражнения работы № 9, а $z_{\text{эфф}}$ включает толщину слюды счетчика $d_{\text{ст}}$ и толщину слоя воздуха между препаратом и слюдой счетчика — $x_{\text{в}} \cdot \rho_{\text{в}}$, причем $\rho = 1,3 \text{ мг/см}^3$; переход от z к $z_{\text{эфф}}$ для данного значения η осуществляется по данным таблицы 3 из работы № 9;

г) толщина препарата $l < 0,1 \text{ мг/см}^2$;

д) толщина алюминиевой подложки, включая чашечку и подставку, составляет $d = 52 \text{ мг/см}^2$; соответствующая поправка на обратное рассеяние q находится из экспериментальных графиков работы № 11;

е) эффективность бета-счетчика $\epsilon_{\beta} = 1$.

Результаты измерений и промежуточных вычислений удобно свести в таблицу.

Таблица 4

Определение абсолютной активности препарата
методом торцового счетчика с фиксированной геометрией.
Счетчик Т-25-БФЛ №

t мин	a (b)	п шм	N шм/мин	t _ф мин	N _ф шм/мин	N ₀ = NK _с шм/мин	N _{пр} = N ₀ - N _ф шм/мин	η	K _п	с	q	Ат мк/тор
-------	-------	------	----------	--------------------	-----------------------	---	--	---	----------------	---	---	-----------

Окончательный результат:

$$A_T = \dots \text{ мккюри}$$

сравнить с абсолютной активностью $A_{4\pi}$, полученной при помощи 4 π -счетчика.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Исследования в области дозиметрии ионизирующих излучений». Сб. статей, стр. 3—71, Изд. АН СССР Москва, 1957.
2. К. Ф. Вейсс «Радиоактивные стандартные препараты». Физматгиз, Москва, 1958.
3. С. П. Целищев и А. О. Фурман «Поглощение бета-излучения в тонких слоях вещества и его роль при абсолютных измерениях бета-активности». Известия ТСХА, № 3, 1957.
4. «Бета и гамма-спектроскопия» под редакцией К. Зигбана, стр. 745, Физматгиз, Москва, 1959.
5. К. К. Аглинцев «Дозиметрия ионизирующих излучений», стр. 193 и далее. ГИТТЛ, Москва, 1957.
6. «Счетчик СА-БФЛ» Описание и инструкция (составлено С. П. Целищевым и А. О. Фурманом), экспериментально-механическая мастерская ТСХА, Москва, 1957.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Работа № 8. Определение периода полураспада радиоактивного изотопа	3
Работа № 9. Изучение поглощения бета-частиц в веществе. Определение коэффициентов поглощения бета-излучения P^{32} и S^{35}	20
Работа № 10. Определение максимальной энергии бета-спектра методом полного поглощения. Идентификация изотопа	40
Работа № 11. Самоослабление бета-излучения в образце. Обратное рассеяние бета-излучения от подложки образца	51
Работа № 12. Измерения малых активностей при помощи газопроводного счетчика типа СОР-30-БФЛ	70
Работа № 13. Измерения абсолютной активности источников бета-излучения	81

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Цена 2 р. 50 к.

Л 113294 11/III—60 г. Объем 6³/₄ п. л. Тип. ТСХА. Зак. 1970. Тир. 3000

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

ОПЕЧАТКИ
к выпуску I

Страница	Строка	Напечатано	Должно быть
44	3 снизу	N	Nф
74	6 снизу	$\gamma = \frac{1}{2\pi r} \arcsin \frac{r}{1}$	$\gamma = \frac{l}{\pi \sqrt{l^2 + h^2}} \arcsin \frac{r}{h}$
92	4 снизу	$\sigma_{пр}$	$\delta_{пр}$

к выпуску II

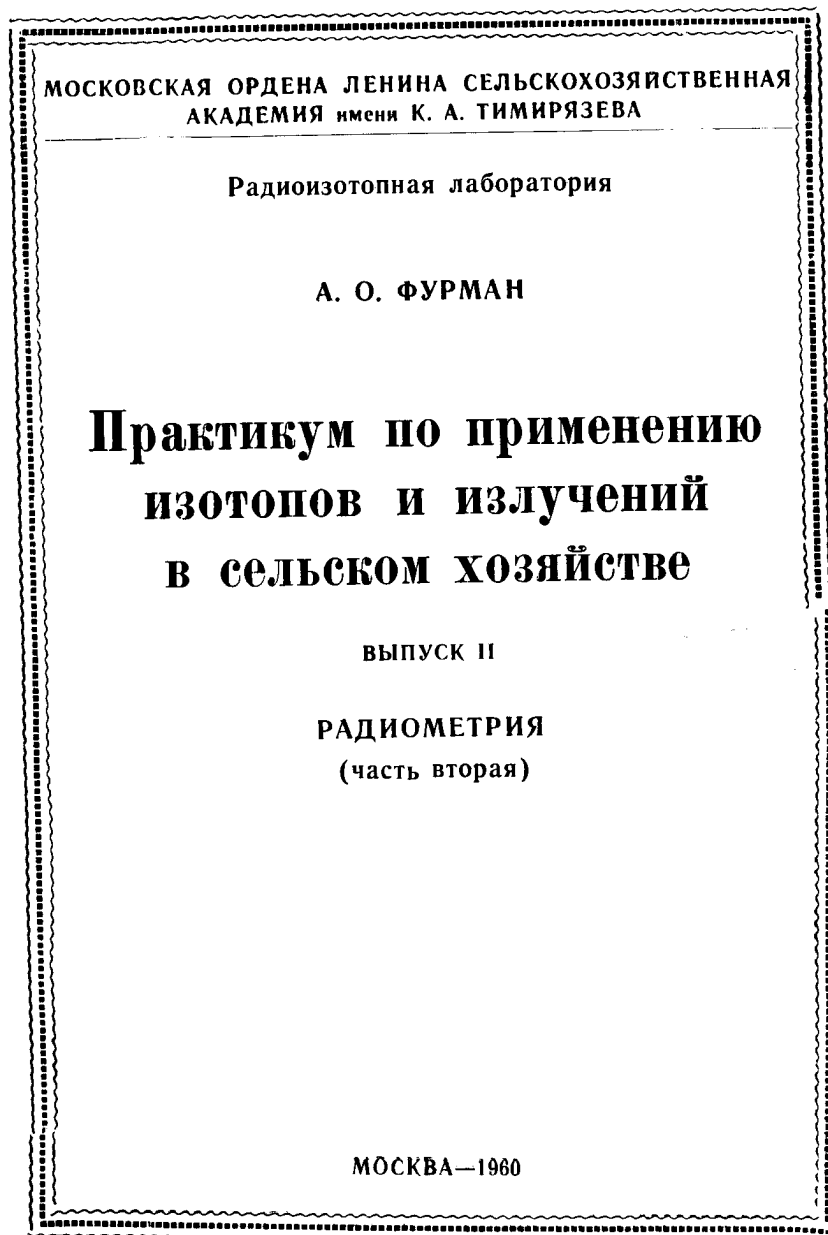
Страница	Строка	Напечатано	Должно быть
9	4 сверху	относительно	относительно
55	12 сверху	фф	$l_{эфф}$
57	9 снизу	d	$d_{1/2}$
57	8 снизу	экспериментальной	экспериментальный
70	8 снизу	эффеткивности	эффективности
76	10 снизу	Упражнение 7	Упражнение I
94	14 снизу	неверняка	наверняка
104	3 сверху	геонетрией	геометрией

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Цена 2 р. 50 к.

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Цена 2 р. 50 к.



Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

А. О. ФУРМАН

П Р А К Т И К У М
ПО ПРИМЕНЕНИЮ ИЗОТОПОВ
И ИЗЛУЧЕНИЙ В СЕЛЬСКОМ
ХОЗЯЙСТВЕ

ВЫПУСК II
РАДИОМЕТРИЯ
(часть вторая)

Под общей редакцией
доктора химических наук
В. В. РАЧИНСКОГО

МОСКВА—1960

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

РАБОТА № 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА ПОЛУРАСПАДА РАДИОАКТИВНОГО ИЗОТОПА

Закон радиоактивного распада. Радиоактивный распад атомных ядер происходит самопроизвольно и приводит к непрерывному уменьшению числа атомов исходного радиоактивного изотопа и накоплению атомов продукта распада.

При радиоактивном распаде проявляется общая закономерность, состоящая в том, что количество атомов данного радиоактивного изотопа, распадающихся в единицу времени, всегда составляет определенную, характерную для данного изотопа долю от полного числа еще не распавшихся атомов. Это связано с тем, что вероятность распада отдельного атома радиоактивного изотопа за промежуток времени Δt не зависит от условий, в которых атом находился ранее и находится в настоящее время, и для достаточно малых отрезков времени пропорциональна Δt . Поэтому число атомов ΔN , претерпевших распад за малый промежуток времени Δt , пропорционально общему числу нераспавшихся радиоактивных атомов N и величине интервала Δt . Этот закон математически может быть представлен в виде соотношения:

$$-\Delta N = \lambda N \Delta t \quad (1)$$

Знак минус указывает, что число радиоактивных атомов N убывает.

Коэффициент пропорциональности λ носит название постоянной распада и является константой, характерной для данного радиоактивного изотопа. Закон радиоактивного распада обычно записывают в виде дифференциального уравнения

$$-\frac{dN}{dt} = \lambda N, \quad (2)$$

предполагая при этом, что за время dt распадается небольшая часть общего числа радиоактивных атомов.

Величина $\frac{dN}{dt}$ — есть абсолютная скорость распада атомов (ядер) радиоактивного изотопа и называется активностью (см. ниже).

Из уравнения (2) следует, что $\lambda = -\frac{dN}{dt} \cdot \frac{1}{N}$ есть уменьшение числа нераспавшихся атомов за единицу времени, отнесенное к общему числу нераспавшихся атомов, или доля радиоактивных атомов, распадающихся в единицу времени.

Постоянная распада λ имеет размерность обратного времени и выражается в сек^{-1} . Чем больше λ , тем быстрее происходит распад радиоактивных атомов, т. е. λ характеризует относительную скорость распада для каждого радиоактивного изотопа.

Число атомов, распадающихся в единицу времени, непрерывно уменьшается по мере уменьшения числа нераспавшихся атомов радиоактивного изотопа.

Итак, закон радиоактивного распада (уравнение 2) может быть сформулирован следующим образом: число атомов (ядер) dN , распадающихся за бесконечно малый промежуток времени dt , пропорционально числу атомов N , имеющихся налицо в момент времени t .

Величина, обратная константе распада, $\tau = \frac{1}{\lambda}$ называется средней продолжительностью жизни атомов данного радиоактивного изотопа. Поэтому закон радиоактивного распада можно выразить и так: средняя продолжительность жизни атомов есть величина постоянная для данного радиоизотопа.

На практике удобнее пользоваться интегральной формой закона радиоактивного распада. Если в уравнении (2) разделить переменные и произвести интегрирование в пределах от N_0 до N_t и от 0 до t , то будем иметь:

$$\int_{N_0}^{N_t} \frac{dN}{N} = -\lambda \int_0^t dt, \text{ что дает } -\ln \frac{N_t}{N_0} = -\lambda t$$

и окончательно $N_t = N_0 e^{-\lambda t}$. (3)

Здесь N_0 —число атомов радиоактивного изотопа в начальный момент времени $t=0$, а N_t —число таких атомов, оставшихся к моменту времени t . Полученное уравнение является одним из самых важных уравнений прикладной ядерной физики. Зная (из таблиц) постоянную распада λ , можно по формуле (3) определить число радиоактивных атомов N_t для любого момента времени t .

Период полураспада. Для характеристики радиоактивного распада часто вместо λ пользуются другой величиной—периодом полураспада $T_{1/2}$. Период полураспада—это время, в течение которого в среднем распадается половина всех атомов данного радиоактивного вещества.

Полагая в формуле (3) $t=T_{1/2}$ и, соответственно, $N_t = \frac{N_0}{2}$,

$$\text{получим: } \frac{N_0}{2} = N_0 e^{-\lambda T_{1/2}} \text{ или } \frac{1}{2} = e^{-\lambda T_{1/2}}.$$

Логарифмируя обе части последнего равенства, будем иметь $\ln \frac{1}{2} = -\lambda T_{1/2}$, а отсюда:

$$T_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} = \frac{0,693}{\lambda} \quad (4)$$

Закон радиоактивного распада можно теперь переписать в виде:

$$N_t = N_0 e^{-\frac{0,693 t}{T_{1/2}}} \quad (5)$$

Из этой формулы следует, что чем больше период полураспада $T_{1/2}$, тем медленнее происходит радиоактивный распад. Периоды полураспада характеризуют степень стабильности радиоактивного ядра и для разных изотопов меняются в широких пределах, напр., от $6 \cdot 10^{14}$ лет у In^{115} до $3 \cdot 10^{-7}$ сек. у ThC' . Для некоторых биологически важных радионуклидов периоды полураспада $T_{1/2}$ имеют следующие значения: C^{14} —5720 лет, S^{35} —87,1 дня, Ca^{45} —163 дня, P^{32} —14,3 дня, K^{40} — $1,3 \cdot 10^9$ лет, Na^{24} —15,1 часа, Co^{60} —5,3 года, J^{131} —8,14 дня, Mn^{56} —2,57 часа, H^3 —12,4 года.

Если выражать время в долях периода полураспада $t = m T_{1/2}$, то, очевидно, имеет место соотношение:

$$\frac{N_{m T_{1/2}}}{N_0} = \frac{1}{2^m} \quad (6)$$

Так, например, если прошло два периода полураспада ($m=2$), то число радиоактивных атомов уменьшится в 4 раза. Если $t=10T_{1/2}$ ($m=10$), то $\frac{N_{10T_{1/2}}}{N_0} = \frac{1}{2^{10}} = \frac{1}{1024}$, т. е. оставшаяся радиоактивность будет составлять менее 0,1% от исходной. Обычно считают, что за такой промежуток времени радиоактивный изотоп распадается практически полностью.

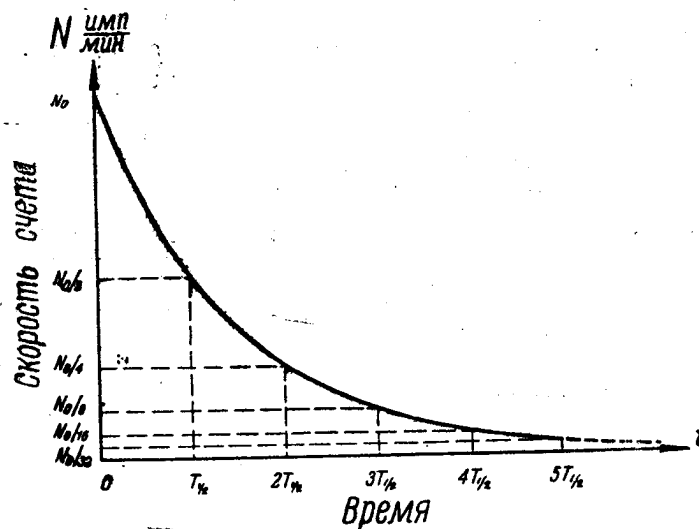


Рис. 28. Кривая радиоактивного распада

На рис. 28 изображена кривая распада радиоактивного изотопа. По горизонтальной оси отложено время (в периодах полураспада), по вертикальной оси — скорость счета N имп/мин радиоактивного препарата — величина, пропорциональная количеству радиоактивных атомов N (см. ниже).

Кривая, изображенная на рис. 28, является экспонентой (см. формулы 3 и 5) и асимптотически приближается к оси времени, никогда не пересекая ее. При $t=T_{1/2}$ скорость счета N (или количество радиоактивных атомов N) уменьшается наполовину, при $t=2T_{1/2}$ — в четыре раза, при $t=3T_{1/2}$ — в 8 раз, при $t=mT_{1/2}$ — в 2^m раз.

Активность и скорость счета. При работе с радиоактивными препаратами экспериментатор, регистрируя ядерные излучения, измеряет не число радиоактивных атомов, содержащихся в препарате, а число распадов в единицу времени. Мера количества радиоактивного вещества, выражаемая числом радиоактивных превращений в единицу времени, называется активностью этого вещества. Как указывалось выше, активность есть абсолютная скорость распада ядер атомов радиоактивного изотопа $A = - \frac{dN}{dt}$. На основании (2) имеем:

$$A = \lambda N \quad (7)$$

Следовательно, активность препарата прямо пропорциональна числу содержащихся в нем радиоактивных атомов N , т. е. количеству радиоактивного вещества. С другой стороны, для различных радиоизотопов активность тем больше, чем больше постоянная распада λ (меньше период полураспада).

Активность измеряется в единицах радиоактивности — *кюри*. По определению 1 кюри — это количество радиоактивного вещества, в котором происходит $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов в 1 сек. Наряду с *кюри* употребляются также и единицы, производные от кюри: в тысячу раз меньшая — *милликюри* (мкюри), в миллион раз меньшая — *микрокюри* (мккюри), а также единица радиоактивности — *резерфорд*.

Таким образом: 1 кюри = $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов/сек
 1 мкюри = $3,7 \cdot 10^7$ »
 1 мккюри = $3,7 \cdot 10^4$ »
 1 резерфорд = $1 \cdot 10^6$ »

Активность источников, применяемых в лабораторной практике, заключена обычно в пределах от долей микрокюри до нескольких милликюри.

Убыль активности радиоактивного источника с течением времени подчиняется основному закону радиоактивного распада. Действительно, умножая почленно выражение (3) на λ и учитывая (7), получим:

$$A_t = A_0 e^{-\lambda t} \quad (8)$$

Как указывалось ранее (см. часть I, раб. № 1, 6), при работе со счетчиками частиц активность препарата (абсолютное число распадов в единицу времени) непосредственно не

определяется. Измеряемой величиной в этом случае является скорость счета N , выражаемая в импульсах в минуту*.

Скорость счета связана с активностью препарата простой зависимостью:

$$N = \phi A = \phi \lambda N_0, \quad (9)$$

где λ выражена в мин^{-1} . Коэффициент ϕ означает эффективность счета (см. ч. I описание работы № 4) и называется иногда коэффициентом счетности.

Напомним, что эффективность счета ϕ зависит от типа и энергии исследуемого излучения, геометрических условий опыта, типа счетчика и регистрирующей аппаратуры, эффектов поглощения и рассеяния излучения и других факторов, влияющих на результаты измерения (работы №№ 4 и 6). Если ϕ не меняется (постоянство условий измерений), то изменение во времени скорости счета радиоактивного препарата также должно подчиняться закону радиоактивного распада

$$N_t = N_0 e^{-\lambda t}, \quad (10)$$

где N_0 и N_t — скорости счета для соответствующих моментов времени. Эту зависимость мы наблюдаем на опыте (см. рис. 28). Итак, закон радиоактивного распада одинаково справедлив для изменения количества радиоактивных атомов N , активности источника A и скорости счета N :

$$\frac{N_t}{N_0} = \frac{A_t}{A_0} = \frac{N_t}{N_0} = e^{-\lambda t}. \quad (11)$$

Определение периода полураспада $T_{1/2}$ по уменьшению скорости счета N . Пользуясь выражением (10), можно экспериментально определить постоянную распада λ и период полураспада $T_{1/2}$ исследуемого изотопа. Логарифмируя обе части уравнения (10), получаем:

$$\ln N_t = \ln N_0 - \lambda t \quad (12)$$

Если построить график в полулогарифмическом масштабе, откладывая по оси абсцисс время t , а по оси ординат — натуральные логарифмы скорости счета $\ln N_t$, то в указанных координатах эта зависимость изобразится прямой линией, угловой коэффициент которой (наклон к оси абсцисс) $\text{tg} \alpha = \lambda$.

* Мы обозначаем скорость счета прямой буквой N , а число радиоактивных атомов — косой буквой N_0 .

Рис. 29 иллюстрирует метод определения постоянной распада радиоактивного изотопа. Для экспериментального определения λ необходимо установить источник в стандартной позиции относительно счетчика и измерить скорости счета N_t в разные моменты времени t . По опытным данным затем строят график в координатах $(t, \ln N_t)$ или $(t, \lg N_t)$. На рис. 29 экспериментальные точки отмечены кружками. В силу статистического характера радиоактивного распада, а также

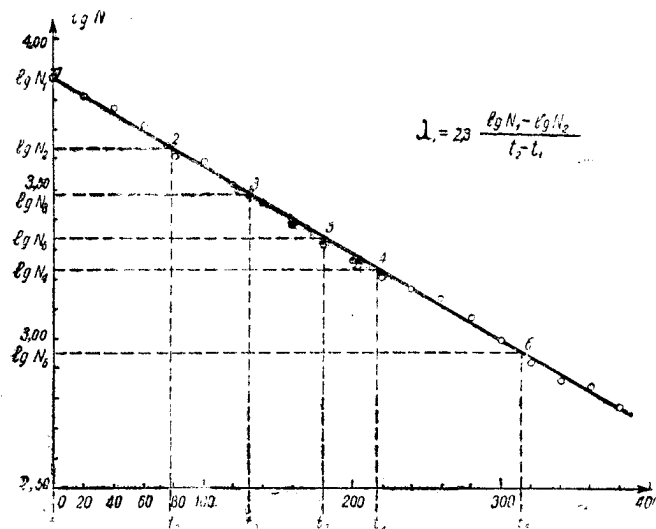


Рис. 29. К определению постоянной распада λ радиоактивного изотопа. График построен в полулогарифмическом масштабе: по горизонтальной оси — время, по вертикальной оси — десятичный логарифм скорости счета.

случайных ошибок измерений, точки оказываются разбросанными вокруг истинных значений скоростей счета. По экспериментальным точкам строится прямая, причем наиболее объективные результаты такого построения могут быть получены при помощи метода наименьших квадратов. Здесь мы не останавливаемся на этом общеизвестном методе, описанном в математических справочниках и руководствах по обработке экспериментальных данных. Взяв на полученной прямой две точки, соответствующие моментам времени t_1 и t_2 , определяют постоянную распада по формуле:

$$\lambda = \frac{\ln N_1 - \ln N_2}{t_2 - t_1}, \quad (13)$$

которая следует из ф-лы (12), если заменить N_0 и N_1 через N_1 и N_2 и учесть, что $t = t_2 - t_1$. Можно взять две любые точки (с индексами i и k) на прямой и по их координатам найти λ , пользуясь общей формулой:

$$\lambda = \frac{\ln N_i - \ln N_k}{t_k - t_i} \quad (14)$$

Поскольку чаще имеют дело с таблицами десятичных логарифмов, а не натуральных то, учитывая, что $\ln x = 2,302 \lg x$, получаем следующее выражение для определения постоянной распада:

$$\lambda = 2,302 \frac{\lg N_i - \lg N_k}{t_k - t_i} \quad (15)$$

Если время выражено в минутах, то λ получим в мин^{-1} . Период полураспада $T_{1/2}$ находят затем, пользуясь соотношением (4).

Для непосредственного определения $T_{1/2}$ можно использовать и другой прием, а именно: найти отрезок оси абсцисс, соответствующий уменьшению скорости счета вдвое. Для этого от произвольной точки на оси ординат ($\lg N$) следует отложить величину $\lg 2 = 0,3010$, и тогда проекция полученного отрезка на ось времени даст, по определению, период полураспада $T_{1/2}$.

Чтобы повысить точность графического определения λ и $T_{1/2}$, берут на графике несколько пар точек (см. рис. 29) и определяют для каждой пары соответствующее значение λ по формуле (15). На графике рис. 29 выбраны 6 точек, которые можно разбить на любые три пары и, получив для каждой пары значение λ , найти среднюю величину $\lambda_{\text{ср}} = \frac{\lambda_1 + \lambda_2 + \lambda_3}{3}$.

Полученное значение $\lambda_{\text{ср}}$ подставляют затем в соотношение (4) и определяют $T_{1/2}$, указывая соответствующую ошибку.

При выполнении настоящей работы (см. ниже) следует определять λ вышеуказанным способом (беря три пары точек на экспериментальной прямой).

В опытах по изучению характеристик распада необходимо правильно выбрать время отдельного измерения. Для получения достоверных отсчетов требуется достаточное время, чтобы зарегистрировать большое число частиц и получить

удовлетворительную точность измерения (см. работу № 7). С другой стороны, отдельные отсчеты нужно производить достаточно быстро, чтобы активность препарата практически оставалась неизменной в течение времени отдельного измерения. Общее время наблюдения процесса распада должно обеспечивать заметное уменьшение активности и быть

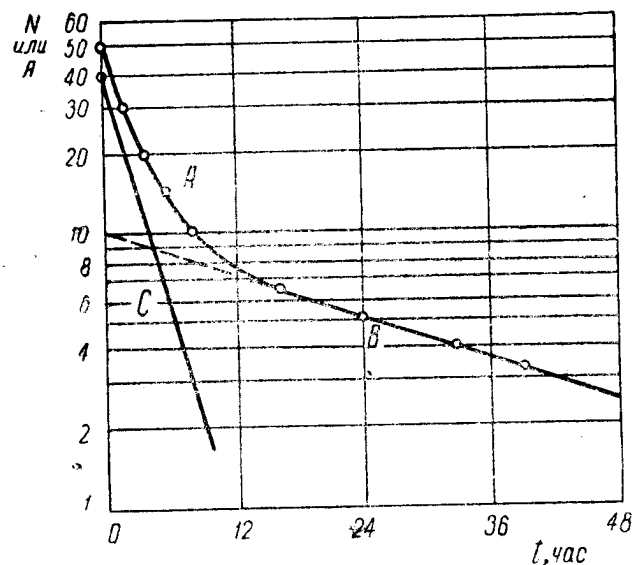


Рис. 30. Сложная кривая распада двухкомпонентной смеси изотопов — А. Долгоживущая компонента (λ_2) — В; короткоживущая компонента (λ_1) — С; $\lambda_1 \gg \lambda_2$. Пунктир — экстраполированный участок прямой В. График построен в полулогарифмическом масштабе: по оси абсцисс — время, по оси ординат — скорость счета N или активность А.

сравнимым с величиной периода полураспада или превосходить ее. Поэтому описанный метод оказывается негодным в тех случаях, когда период полураспада либо очень велик (измеряется годами), либо очень мал (измеряется секундами).

Если в полулогарифмическом масштабе вместо прямой линии получается кривая, то это свидетельствует о наличии в препарате более чем одного радиоактивного изотопа (с разными периодами полураспада) — см. рис. 30.

В случае смеси двух независимо распадающихся изотопов, периоды полураспада которых различны, изменение общей активности препарата (скорости счета) в зависимости от времени подчиняется уравнению:

$$N = N_1 + N_2 = N_{01} \cdot e^{-\lambda_1 t} + N_{02} e^{-\lambda_2 t}, \quad (16)$$

где N_{01} и N_{02} —скорости счета, обусловленные распадом каждого из изотопов при $t=0$. При достаточно больших значениях t одно из слагаемых становится практически равным нулю. В этом случае, как видно из рис. 30, кривая А переходит в прямую В, наклон которой соответствует постоянной распада λ_2 компоненты с большей продолжительностью жизни.

Экстраполируя прямую В к $t=0$, находят на графике значения $N_2 = N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t}$ долгоживущего изотопа для нескольких моментов времени t . Разности $N - N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t} = N_{01} \cdot e^{-\lambda_1 t}$ соответствующие убыли активности одной короткоживущей компоненты, снова наносят на полулгарифмический график и получают прямую С, тангенс угла наклона которой соответствует значению λ_1 . Таким образом производят анализ двухкомпонентной системы, который часто применяется для определения чистоты радиоактивного изотопа (степени его загрязнения другим изотопом). Если число радиоактивных изотопов больше трех, то подобная обработка кривой распада делается весьма затруднительной. Даже двухкомпонентные системы не поддаются надежному разделению, если периоды полураспада отдельных компонент отличаются менее, чем вдвое. Кривая распада, приведенная на рис. 30, соответствует системе из двух радионуклидов, периоды полураспада которых отличаются примерно в 10 раз.

Поправка на радиоактивный распад. При проведении биологических работ с радиоактивными изотопами весьма существенным является факт изменения активности источника (и, следовательно, скорости счета) с течением времени.

Это обстоятельство должно учитываться при определении количества радиоактивного вещества, подлежащего введению в почву, в питательный раствор, в удобрения при постановке длительных вегетационных опытов, при обработке результатов опыта по определению содержания меченого элемента в различных органах растения и животного и т. п. Вся программа исследования, начиная с момента получения радионуклида и кончая измерениями активности исследуемых объектов, дол-

жна быть спланирована во времени с учетом периода полураспада применяемого изотопа.

Для решения этих вопросов нужно знать соответствующие значения поправок на радиоактивный распад K_λ .

Поправка на распад указывает, на какую величину надо умножить результат измерения активности (скорости счета), чтобы получить исходную активность. Из уравнения (11) следует, что

$$K_\lambda = \frac{A_0}{A_t} = \frac{N_0}{N_t} = e^{\lambda t} \quad (17)$$

Таким образом, величина $e^{\lambda t} = K_\lambda$ показывает, во сколько раз N_0 больше N_t . Очевидно, что K_λ всегда положительно и больше 1. Если известен период полураспада применяемого радиоизотопа, то поправку на распад, очевидно, следует вычислять по формуле:

$$K_\lambda = e^{\frac{0,693}{T_{1/2}} t} \quad (18)$$

Необходимость введения поправки на распад особенно выступает при $t \geq T_{1/2}$, т. е. когда продолжительность опыта сравнима с периодом полураспада или больше его. Если по характеру исследования требуется измерять активность проб в разные моменты времени (например, в разные сроки вегетации), то результаты каждого измерения следует привести к начальному моменту времени. Иначе говоря, скорости счета N_1, N_2, \dots, N_n , отвечающие моментам времени t_1, t_2, \dots, t_n , нужно умножить на соответствующие значения $K_1 = e^{\lambda t_1}$, $K_2 = e^{\lambda t_2}$, $K_n = e^{\lambda t_n}$. Полученные величины $N_{10}, N_{20}, \dots, N_{n0}$ дают возможность судить об истинном содержании меченого элемента в исследуемых пробах.

Вычисление поправки на распад можно производить по ф-ле (18), пользуясь таблицей экспоненциальной функции e^x , имеющейся в математических справочниках (в данном практикуме такие таблицы выдаются каждому практиканту). При этом сначала определяют отношение $\frac{t}{T_{1/2}}$, затем вычисляют значение показателя степени $x = 0,693 \frac{t}{T_{1/2}}$, и наконец, по таблице находят значение поправки $K_\lambda = e^x$.

В некоторых руководствах по применению метода меченых атомов (см. например [1]) приведены таблицы поправок на радиоактивный распад для разных значений отношения $\frac{t}{T_{1/2}}$. Пользование такими таблицами значительно сокращает время на вычисления.

В качестве примера решим практическую задачу, связанную с учетом поправки на распад.

Задача. Какой исходной активностью (скоростью счета в импульсах/мин) должен обладать препарат радиоактивного фосфора P^{32} с тем, чтобы через два месяца скорость счета при измерении препарата составляла не менее 100 импульсов в минуту?

Решение: Период полураспада P^{32} равен 14,3 дня. Отношение $\frac{t}{T_{1/2}} = \frac{60 \text{ дн.}}{14,3 \text{ дн.}} = 4,196 \cong 4,2$

Показатель степени $x = 0,693 \cdot 4,2 = 2,91$.

По таблице функции e^x находим $K_\lambda = e^{2,91} = 18,35$. Отсюда, исходная скорость счета при внесении радиоактивного фосфора в препарат должна быть не менее:

$$N_0 = N_t \cdot K_\lambda = 100 \text{ имп/мин} \cdot 18,35 = 1835 \text{ имп/мин.}$$

Если за время опыта активность источника существенно не меняется (непродолжительный опыт или очень большой период полураспада радиоизотопа), то поправку на распад вводить не нужно. Расчеты показывают, что при $\frac{t}{T_{1/2}} \leq 0,02$ поправка на распад $K_\lambda \leq 1,01$. В этом случае можно не вводить поправку, так как погрешность, допускаемая при этом (1%), лежит в пределах точности большинства биологических исследований. При $\frac{t}{T_{1/2}} = 0,05$, $K_\lambda = 1,03$, и здесь также можно не учитывать уменьшения активности, если точность 3% является достаточной для опыта. Например, если в случае P^{32} требуемая точность результата составляет 3%, поправку на распад следует вводить по истечении $t = 0,72$ дн. с момента начала опыта. Для изотопа C^{14} ($T_{1/2} = 5700$ лет) соответствующее время составляет 285 лет. Поэтому в экспериментах с радиоуглеродом не интересуются поправкой на распад (за исключением работ по определению возраста древесных пород, археологических исследований и т. п.).

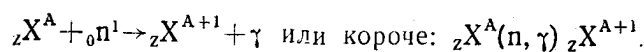
Принадлежности:

1. Установка типа Б-2.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Радиоактивный препарат в плексигласовой подставке.
4. Часы, секундомер.
5. Миллиметровая бумага, таблицы логарифмов, таблицы e^x и e^{-x} .

Упражнение 1

● **Определение периода полураспада радиоактивного изотопа**

В настоящей работе используется радиоактивный изотоп со сравнительно коротким периодом полураспада, т. к. для достаточно точного определения $T_{1/2}$ необходимо иметь значительное уменьшение активности образца за время выполнения работы. Для этой цели удобно самим получить радиоактивный изотоп с подходящим периодом полураспада путем облучения нейтронами стабильного изотопа того же химического элемента. Как известно, большинство изотопов различных химических элементов под действием медленных нейтронов (тепловых нейтронов) активируются, т. е. превращаются в радиоактивные изотопы того же элемента с массовым числом, на единицу большим, чем у исходного изотопа. Этот процесс активации происходит в результате ядерной реакции радиационного захвата, которую обычно записывают в виде:



Символом X здесь обозначается данный химический элемент. В результате захвата ядром теплового нейтрона образуется новое ядро, которое преимущественно является радиоактивным, и испускается γ -квант, уносящий избыток энергии. Изотопы различных химических элементов (нуклиды) обладают разной вероятностью захвата теплового нейтрона или, как говорят, эффективным сечением активации.

В зависимости от величины эффективного сечения будет различный выход активированного изотопа. Целый ряд искусственно радиоактивных изотопов получается методом активации в ядерном реакторе (например, получение Co^{60} по реакции $Co^{59}(n, \gamma) Co^{60}$).

В лабораторных условиях источником нейтронов может служить радиево-бериллиевый источник, представляющий собой ампулу со смесью соли радия с порошком бериллия. Такой источник испускает быстрые нейтроны по реакции

$\text{Be}^9(\alpha, n)\text{C}^{12}$, в результате которой образуется $\sim 10^7$ нейтронов в 1 сек. на 1 г Ra с энергиями от 2 до 12 мэв. Для получения тепловых нейтронов (Ra- α -Be)—источник помещают в парафиновый блок, ибо известно, что парафин обладает высоким содержанием атомов водорода и поэтому весьма эффективно замедляет нейтроны до тепловых энергий ($\sim 0,025$ эв). Получение радионуклида путем активации не входит в задачу практикантов данного курса. Эту работу выполняют сотрудники лаборатории непосредственно перед занятием по определению периода полураспада (или накануне).

Выполнение работы

Выполняют обычные операции подготовки установки Б-2 к работе (см. часть 1): включение, прогрев, подача рабочего напряжения на счетчик. Затем приступают к измерениям эталона и фона в течение 5 минут. Результаты записывают в отдельный протокол (см. ч. 1, работу № 3). Скорость счета фона $N_{\text{ф}}$ должна учитываться при обработке результатов данного упражнения.

Препарат, содержащий радиоактивный изотоп, полученный методом активации, помещают в углубление плексигласовой подставки и устанавливают на 2-ю или 3-ю позиции столика для образцов. Перед измерениями нужно заготовить таблицу (см. таблицу 1), которую заполняют по мере получения опытных данных. Все расчеты и заполнение таблицы 1 целесообразно производить во время экспозиции и в промежутках между двумя экспозициями.

Измерения проводят через каждые 20 минут, продолжительность измерений—5 минут, пауза—15 минут. Работу можно прекратить, когда начальная скорость счета снизится не менее, чем в 4 раза.

После окончания измерений убирают препарат и сдают его лаборанту. Строят на миллиметровой бумаге график зависимости $\lg N_{\text{пр}}$ от относительного времени t . По горизонтальной оси откладывают время t в масштабе: 1 см—20 минут, по вертикальной оси—величину $\lg N_{\text{пр}}$ в масштабе: 10 см—1 единица характеристики.

По экспериментальным данным проводят прямую, стараясь максимально приблизить ее ко всем точкам. (Чтобы точнее провести прямую, можно воспользоваться методом наименьших квадратов [3, 4]). Постоянную распада λ определяют для трех пар точек, произвольно взятых на прямой.

Т а б л и ц а I

Определение периода полураспада радиоактивного изотопа

Дата _____ Установка Б-2 № _____ Счетчик Т-25-БФД. Рабочее напряжение $V_p =$ _____ вольт.

Исследуемый препарат на позиции № _____ $k = 64$. Фон $N_{\phi} =$ _____ имп/мин

№ п/п	Астрономическое время начала экспозиции	Относительное время начала экспозиции t	Время экспозиции Δt , мин.	Общее число отсчетов		Скорость счета N имп/мин	Скорость поправки на мертвое время $N_{\text{испр}}$ имп/мин	Скорость фонов N_{ϕ} имп/мин	$N_{\text{испр}} = N_{\text{ф}} - N_{\phi}$	Статистическая ошибка $D_{\text{пр}} = \sqrt{\frac{N}{\Delta t} + \frac{N_{\phi}}{\Delta t_{\phi}}}$
				а (в)	и имп.					
1	10 ч. 20 м.	0	5							
2	10 ч. 40 м.	20 мин.	»							
3	11 ч. 00 м.	40 мин.	»							
.	.	.	.							
.	.	.	.							
.	.	.	.							

ном графике (см. рис. 29), пользуясь формулой (15). Затем определяют среднее значение $\lambda_{\text{ср}}$ и, наконец, период полураспада из соотношения: $T_{1/2} = \frac{0,693}{\lambda_{\text{ср}}}$.

Найденные значения $\lambda_{\text{ср}}$ и $T_{1/2}$ записывают под таблицей и на графике.

Для проверки правильности расчетов можно грубо определить период полураспада $T_{1/2}$, отложив от начальной точки на оси ординат отрезок, равный $\lg 2 = 0,301$, и проектируя его на ось t .

По величине периода полураспада определить, какой изотоп был взят для работы.

Упражнение 2

Задача по определению поправок на радиоактивный распад

Исходный раствор, содержащий меченый фосфат, был внесен в вегетационный сосуд, в котором производился опыт с растением, выращенным в условиях водной культуры. Перед внесением радиоактивного раствора в питательную смесь было установлено (путем измерения активности стандартной навески сухого растительного вещества, содержащего этот меченый фосфор), что 1 мг P_2O_5 используемого фосфата соответствует скорости счета $N_0 = 10000$ импульсов в минуту при строго определенном положении препарата относительно счетчика. Это измерение было проведено 1 апреля в 8 час. утра.

19 апреля в 8 час. утра были взяты пробы и оказалось, что навески в 0,1 г сухого вещества, измеренные в тех же условиях, дают скорость счета (сверх фона) соответственно: стебли — 320 имп/мин, листья — 520 имп/мин, завязи и цветы — 1120 имп/мин, корни — 800 имп/мин.

29 апреля в 22 часа 24 минуты были исследованы плоды, причем скорость счета при измерении такой же навески сухого вещества составляла 1000 имп/мин.

Сколько миллиграммов P_2O_5 поступило в 1 г перечисленных органов растения к моменту их исследования?

Указание. При решении задачи нужно пользоваться таблицами функции e^x . Период полураспада P^{32} равен 14,3 дня.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Метод меченых атомов в биологии» под редакцией А. М. Кузина, Издание Московского университета, 1955 г.
 2. С. М. Райский и В. Ф. Смирнов, «Физические основы метода радиоактивных индикаторов» ГИТТЛ, Москва, 1956.
 3. И. Н. Бронштейн и К. А. Семендяев, «Справочник по математике», стр. 513. ГИТТЛ, Москва—Ленинград, 1945.
 4. Г. Фридлиндер и Дж. Кеннеди, Введение в радиохимию, главы I, V. ИЛ, Москва, 1952.
-

РАБОТА № 9
ИЗУЧЕНИЕ ПОГЛОЩЕНИЯ БЕТА-ЧАСТИЦ
В ВЕЩЕСТВЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ ПОГЛОЩЕНИЯ
БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ P^{32} И S^{35}

Введение. В биологических и сельскохозяйственных исследованиях с применением радиоактивных изотопов широко используются бета- и гамма-излучения и значительно реже — альфа-излучение. Это объясняется как отсутствием альфа-радиоактивных изотопов у большинства биологически важных химических элементов, так и малой проникающей способностью альфа-частиц, что затрудняет их регистрацию.

Радиоизотопы, испускающие бета-частицы, могут быть получены искусственно (в ядерных реакторах или на ускорителях заряженных частиц) почти для всех химических элементов, играющих существенную роль в жизни растений и животных, в том числе для водорода (H^3), углерода (C^{14}), натрия (Na^{24}), калия (K^{42}), фосфора (P^{32}), серы (S^{35}), кальция (Ca^{45}) и т. д.

Бета-активные изотопы применяются преимущественно в методе меченых атомов, как индикаторы, позволяющие следить за «судьбой» изучаемых химических элементов и их соединений. Они также используются на практике в качестве источников излучений в методах, основанных на взаимодействии бета-частиц с веществом.

Гамма-излучение, сопровождающее альфа- или бета-распад большинства радиоактивных изотопов, благодаря своей большой проникающей способности используется в методах бесконтактного определения толщины, плотности, неоднородностей и других качеств промышленных и сельскохозяйственных объектов, а также, наряду с нейтронами, — для лучевого воздействия на организм (радиационная генетика и селекция, стерилизация продуктов, борьба с вредителями с.-х. культур и т. д.).

В данном практикуме по радиометрии основное внимание уделяется изучению свойств бета-излучения, взаимодействия бета-частиц с веществом и особенностей их регистрации. Гамма-излучение и методы его измерения рассматриваются кратко при изучении детекторов гамма-лучей (работы № 4 и № 14), а также в работах по дозиметрии. Лабораторные работы, посвященные изучению свойств альфа-частиц и их регистрации, в настоящем практикуме отсутствуют и лишь там, где это необходимо, вопросы альфа-радиометрии рассматриваются в связи с изучением способов измерения бета- и гамма-лучей.

Работы № 9 и № 10 посвящены изучению поглощения в веществе бета-излучения различных радионуклидов, знакомят с приемами определения максимальной энергии β -спектров и идентификацией изотопов, а также со способами введения поправки на поглощение при измерениях активности препаратов.

Энергия бета-частиц.

Бета-излучение представляет собой поток испускаемых ядрами электронов (β^-) или позитронов (β^+), которые рождаются в процессе ядерных превращений. Важнейшая особенность бета-излучения в отличие от альфа-частиц и гамма-квантов состоит в том, что бета-частицы, излучаемые ядрами атомов данного радиоактивного изотопа, всегда имеют непрерывный энергетический спектр, в котором представлены частицы, обладающие всевозможными значениями кинетической энергии от нуля до некоторой максимальной величины.

На рис. 31 приведено типичное распределение бета-частиц по энергиям (бета-спектр). По горизонтальной оси отложена величина энергии E , а по вертикальной—число бета-частиц $N(E)$, имеющих данную энергию. Значение максимальной энергии E_{\max} является характерной константой каждого радиоактивного изотопа; эта величина обычно приводится в таблицах. Для известных источников бета-частиц величина E_{\max} варьирует в широких пределах—от 15 кэВ до 15 мэВ. Средняя энергия β -частиц $E_{\text{ср}}$ приблизительно

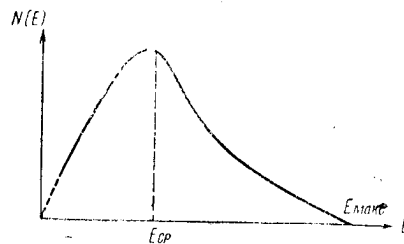


Рис. 31. Бета-спектр. По оси абсцисс—энергия бета-частиц, по оси ординат—число частиц данной энергии.

равна $\frac{1}{3} E_{\text{макс}}$ и колеблется от $0,25 E_{\text{макс}}$ до $0,45 E_{\text{макс}}$ для разных изотопов. В дальнейшем максимальную энергию будем обозначать символом E_m .

Непрерывность бета-спектра объясняется в теории бета-распада тем, что одновременно с бета-частицей из распадающегося ядра вылетает другая частица, не имеющая заряда и обладающая ничтожной массой. Эта гипотетическая частица, обеспечивающая выполнение фундаментальных законов сохранения энергии и импульса в бета-распаде, получила название нейтрино (ν), а ее существование доказано посредством косвенных экспериментов. Энергия распада распределяется между бета-частицей и нейтрино случайным образом, но всегда так, что сумма энергий обеих частиц постоянна. Например, если вся энергия распада приходится на нейтрино, то бета-частица будет обладать нулевой энергией, и, наоборот, бета-частица с максимальной энергией E_m уносит всю энергию распада. Поэтому величина максимальной энергии бета-спектра характеризует данный радиоактивный изотоп и может служить основанием для его идентификации. Значения максимальной энергии для некоторых радиоактивных изотопов приводятся в таблице 1.

Таблица 1

Максимальные энергии бета-спектров некоторых радиоактивных изотопов

Изотоп	H ³	C ¹⁴	Na ²⁴	P ³²	S ³⁵	Ca ⁴⁵	Sr ⁹⁰	Y ⁹⁰	Tl ²⁰⁴
E_m (мэв)	0,018	0,155	1,390	1,708	0,169	0,254	0,610	2,27	0,765

Принято условно называть бета-излучение со значением $E_m < 0,5$ мэв мягким, а со значением $E_m > 0,5$ мэв — жестким бета-излучением.

Взаимодействие бета-частиц с веществом. Ослабление потока бета-частиц слоем вещества происходит в результате процессов упругого и неупругого рассеяния движущихся электронов. При упругом рассеянии и общей кинетическая энергия взаимодействующих частиц не изменяется, — меняется лишь направление их движения. Основную роль в упругом рассеянии бета-частиц играет рассеяние на атомных ядрах, хотя электроны могут рассеиваться упруго также и на электронах атомных оболочек.

Вследствие малой массы электронов, они часто отклоняются на большие углы. В среднем отклонение, которое испы-

тывает электрон тем больше, чем выше порядковый номер Z вещества и меньше энергия электрона. Чтобы снизить эффекты рассеяния при регистрации излучения, внутренние стенки счетного домика изготавливаются из легких материалов, обычно из плексигласа или алюминия. Если параллельный пучок электронов, имеющих одинаковую энергию (моноэнергетические электроны), падает на поглотитель, то вследствие упругого рассеяния параллельность пучка нарушается, а длины пробегов электронов в поглотителе оказываются весьма различными. Это в еще большей степени относится к бета-частицам, имеющим непрерывный спектр энергии. Бета-частицы проходят в веществе сложные извилистые пути и пробегают расстояния, в несколько раз превышающие толщину слоя вещества.

Существенную роль в поглощении бета-частиц играет неупругое рассеяние на орбитальных электронах атомов среды. При этом происходит передача энергии орбитальному электрону, что ведет к ионизации или возбуждению атома. В области энергий электронов порядка 10^4 — 10^6 эв вероятность ионизации или возбуждения атомов и молекул среды значительно превосходит вероятность упругих столкновений (примерно 95% и 5%). Поэтому **ионизирующее** действие бета-частиц является наиболее важным для изучения их взаимодействия с веществом. Проходя через слой поглотителя, бета-частицы растрачивают свою энергию на ионизацию и возбуждение встречных атомов и молекул, причем средняя потеря энергии бета-частицы при образовании пары ионов в воздухе составляет ≈ 33 эв. Таким образом, на 1 мэв поглощенной энергии в воздухе образуется около 30 000 пар ионов.

Число пар ионов, образуемых ионизирующей частицей на сантиметре пути в воздухе при нормальных условиях, называется **удельной ионизацией**. Величина удельной ионизации зависит от скорости частицы и ее заряда Z . При одной и той же энергии удельная ионизация из-за различия в скоростях будет для электронов во много раз меньше, чем для альфа-частиц и протонов. Для энергий порядка нескольких мэв удельная ионизация, создаваемая электроном, примерно в 1000 раз меньше, чем создаваемая альфа-частицей. В области малых значений энергии (до 1 мэв) удельная ионизация, вызываемая электроном, приблизительно обратно пропорциональна квадрату скорости. Например, при скорости $v=0,4 \cdot c$ (c —скорость света) и, соответственно, энергии $E=0,046$ мэв

электрон образует около 250 пар ионов на 1 см пути в воздухе, а при $v=0,95$ с ($E \approx 1,1$ мэв) число пар ионов падает до 45. Таким образом, с увеличением энергии уменьшается ионизирующее действие бета-излучения и, следовательно, возрастает его проникающая способность. Однако для бета-частиц большой энергии (>1 мэв) величина удельной ионизации начинает медленно возрастать с увеличением энергии частиц.

Потери энергии первичных электронов на ионизацию и возбуждение атомов среды называются обычно **ионизационными**. Ионизационные потери приблизительно пропорциональны $\frac{nZ}{v^2}$, где n —число атомов вещества поглотителя в 1 см³, Z —порядковый номер поглотителя, v —скорость электрона (бета-частицы). Так как число атомов в единице объема равно

$$n = \rho \frac{6,02 \cdot 10^{23}}{A},$$

где A —атомный вес, ρ —плотность поглотителя в г/см³, $6,02 \cdot 10^{23}$ —число Авогадро, то энергия, теряемая бета-частицами на ионизацию в слое вещества толщиной x см, пропорциональна $\frac{1}{v^2} \frac{Z}{A} \cdot \rho x$. При изменении Z отношение $\frac{Z}{A}$ изменяется в пределах от 0,5 для легких веществ до 0,4 для свинца, что позволяет приблизительно считать это отношение постоянным. Поэтому, если выражать толщину поглощающего слоя не в линейных единицах (см), а в единицах ρx (г/см², мг/см²), то потери энергии (и, следовательно, поглощение бета-излучения) будут приблизительно одинаковыми для различных веществ. Иными словами, поглощение бета-частиц с данным значением $E_{\text{макс}}$ определяется массой вещества, приходящейся на 1 см² поверхности поглотителя. Эта величина $d = \frac{m}{S} = \rho x$ (m —масса в г, S —площадь поглотителя в см²) часто называется **поверхностной плотностью** вещества и широко применяется в прикладной ядерной физике. Мы уже сталкивались с этим понятием при изучении счетчиков разных типов (работа № 4), толщина стенок которых выражается в единицах поверхностной плотности (мг/см²), что позволяет непосредственно оценивать их «прозрачность» по отношению к данному излучению.

Для иллюстрации удобства этого способа выражения толщины поглотителя укажем, что бета-излучение радиофосфора

P^{32} полностью поглощается в 620 см воздуха, около 8 мм воды, 3 мм алюминия и 0,75 мм свинца. Если выразить указанные толщины для разных веществ в единицах поверхностной плотности d , то мы получим приблизительно одну и ту же величину 780—800 мг/см², которая и характеризует максимальный пробег (см. ниже) бета-частиц радиофосфора в любом веществе.

Третьим процессом взаимодействия быстрых электронов с веществом является неупругое рассеяние их на ядрах атомов. При торможении электронов в кулоновском поле атомных ядер возникает так называемое тормозное рентгеновское излучение с максимальной энергией, равной максимальной энергии бета-частиц. Эти потери энергии, называемые **радиационными**, пропорциональны квадрату атомного номера (Z^2) вещества, в котором движется бета-частица. Поэтому интенсивность тормозного излучения в тяжелых веществах, например, в свинце, гораздо больше, чем в легких (в воздухе или в алюминии). В свинце радиационные потери сравнимы с ионизационными лишь при энергиях электронов порядка 10 мэв, в то время как в легких веществах при обычных энергиях бета-частиц эти потери несущественны.

Ослабление бета-лучей при прохождении через вещество обуславливается всеми тремя механизмами взаимодействия, однако ионизационные потери при этом имеют доминирующее значение.

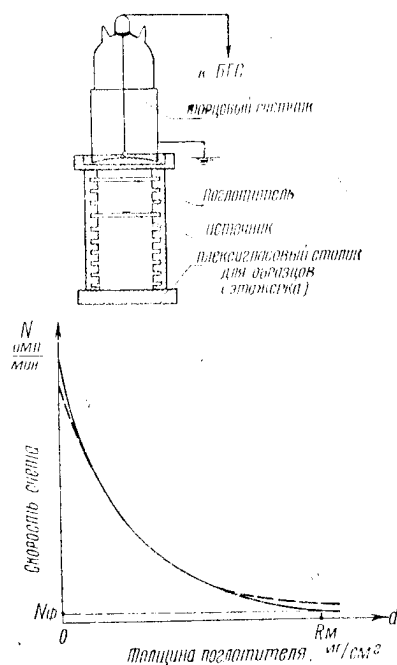


Рис. 32. Схема опыта (вверху) и примерная кривая поглощения бета-частиц радиоактивного изотопа (внизу). Пунктирная кривая—экспонента.

Поглощение бета-частиц. Если радиоактивный препарат, испускающий бета-частицы, установить на некотором расстоянии от счетчика Гейгера-Мюллера, а между препаратом и счетчиком помещать поглощающие фильтры различной толщины d , то измеряя при помощи счетчика соответствующие скорости счета N_d , можно построить кривую, связывающую число частиц, прошедших через поглотитель, с толщиной поглотителя. На рис. 32 изображена не требующая пояснений схема опыта для снятия кривой поглощения бета-частиц.

Внизу рис. 32 приведена типичная кривая поглощения бета-излучения радиоактивного изотопа — по оси абсцисс отложена толщина поглощения d в мг/см^2 , по оси ординат — скорость счета, измеренная при данной толщине, N *имп/мин*. Экспериментальная кривая (сплошная линия на рис. 32) хорошо совпадает с кривой, соответствующей экспоненциальной функции (пунктирная кривая), в области средних значений толщины поглотителя.

Таким образом, кривая поглощения бета-частиц с непрерывным бета-спектром приближенно может быть описана следующей эмпирической формулой, иногда называемой законом поглощения:

$$N_d = N_0 e^{-\mu d}, \quad (1)$$

где N_0 и N_d — скорости счета, соответствующие числу бета-частиц, падающих на поглотитель и прошедших через него, а μ — константа, называемая **коэффициентом поглощения**.

Строго говоря, в уравнении (1) вместо N_d и N_0 следует брать соответствующие скорости счета, исправленные на мертвое время и фон счетчика, которые мы обозначали ранее, как $N_{\text{пр}}$. Для упрощения записи в дальнейшем эту величину будем обозначать через J . Следовательно, J — это «истинная» скорость счета — число β -частиц, попадающих в счетчик в 1 минуту.

Таким образом, закон поглощения (1) будет иметь следующий вид:

$$J_d = J_0 e^{-\mu d} \quad (1')$$

При очень малых и больших значениях d наблюдается заметное отступление от экспоненциального закона. Такая закономерность имеет место для большинства бета-спектров.

Коэффициент поглощения μ характеризует поглощение бета-излучения данного радиоактивного изотопа и зависит от

максимальной энергии бета-спектра. Однако понятие коэффициента поглощения оправдано лишь для интервала толщин поглотителя, в котором справедлив экспоненциальный закон (1)—см. рис. 32.

Если толщина поглотителя x выражена в сантиметрах, то μ выражается в обратных единицах (см^{-1}) и называется линейным коэффициентом поглощения. В этом случае коэффициент $\mu_{\text{лин}}$ различен для веществ с разной плотностью ρ .

Опыт показывает, что отношение $\mu_{\text{лин}}$ к плотности ρ почти не зависит от природы поглотителя. Величина $\mu_{\text{масс}} = \frac{\mu_{\text{лин}}}{\rho}$ называется массовым коэффициентом поглощения и имеет размерность [$\text{см}^2/\text{г}$, $\text{см}^2/\text{мг}$]. Выражая толщину поглощающего слоя d в единицах поверхностной плотности [$\text{г}/\text{см}^2$, $\text{мг}/\text{см}^2$], мы характеризуем закон поглощения (1) при помощи $\mu_{\text{масс}}$. Значения $\mu_{\text{масс}}$ иногда указываются в таблицах изотопов, однако данные разных авторов не всегда совпадают, что связано с различием в геометрических и других условиях опыта, влияющих на ход поглощения.

С коэффициентом поглощения μ связана другая характеристика бета-спектра— **толщина половинного поглощения** $d_{1/2}$, которая определяется как толщина, ослабляющая вдвое интенсивность начального потока бета-частиц.

По аналогии с периодом полураспада $T_{1/2}$ (см. работу № 8) величина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$ соответствует абсциссе, при которой ордината (скорость счета) уменьшается вдвое. Зная толщину полупоглощения $d_{1/2}$ [$\text{г}/\text{см}^2$, $\text{мг}/\text{см}^2$], можно рассчитать значение массового коэффициента поглощения:

$$\mu \left[\frac{\text{см}^2}{\text{г}} \right] = \frac{\ln 2}{d_{1/2}} = \frac{0,693}{d_{1/2}} \quad (2)$$

$$\text{и, наоборот, } d_{1/2} = \frac{0,693}{\mu} \quad (3)$$

Толщина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$, так же как и коэффициент поглощения μ , зависит от энергии бета-спектра. На рис. 33 приведена эта зависимость. По оси абсцисс отложена максимальная энергия E_M в мэв, по оси ординат— $d_{1/2}$ в $\text{мг}/\text{см}^2$. Определив на опыте толщину фильтра, снижающего скорость счета вдвое— $d_{1/2}$, и пользуясь указанным графиком, можно найти максимальную энергию бета-излучения исследуемого вещества.

дуемого изотопа; и, наоборот, для известного радионуклида по значению E_m находят толщину слоя вещества, ослабляющую вдвое интенсивность бета-излучения.

В таблице 2 (стр. 32) даны значения μ и $d_{1/2}$ для некоторых радиоактивных изотопов, испускающих бета-излучение. Например, толщина половинного поглощения для C^{14} составляет 2,7 мг/см². Отсюда следует, что если слюда торцового счетчика имеет толщину больше 2,7 мг/см², то в счетчик проникнет менее половины бета-частиц радиоуглерода, падающих на слюдяное окошко. Поэтому для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение (S^{35} , C^{14} и др.) следует применять торцовые счетчики с толщиной окна $\approx 1-2$ мг/см².

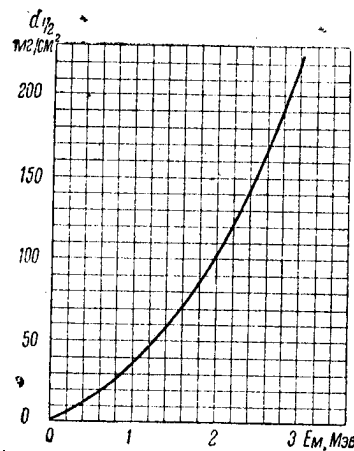


Рис. 33. Зависимость толщины половинного поглощения $d_{1/2}$ от максимальной энергии β -спектра E_m .

Хотя экспоненциальный закон поглощения (1') справедлив в ограниченной области (рис. 32) толщин, все же для опытного определения μ и $d_{1/2}$ можно воспользоваться этой зависимостью. Помещая непосредственно перед окошком счетчика поглотитель (например, листочки алюминиевой фольги) возрастающей толщины, получают начальный участок кривой поглощения. Даже в отсутствие фильтра часть бета-излучения поглощается в окошке счетчика и в воздухе — поэтому отклонение начального участка кривой от экспоненты обычно ускользает от наблюдателя, и первые экспериментальные точки уже удовлетворительно ложатся на экспоненциальную кривую. Измерения

интегральной скорости счета в 8—10 раз, после чего обычно наступает отклонение от экспоненты в сторону оси абсцисс. Полученные результаты удобно изобразить графически в полулогарифмическом масштабе, откладывая по горизонтальной оси толщину поглотителя d (мг/см²), а по вертикальной — логарифм скорости счета, исправленной на мертвое время и фон счетчика — $\lg J$. В таком масштабе для простого бета-спектра должна получиться линия, близкая к прямой. Примерный график кривой поглоще-

ния в полулогарифмическом масштабе изображен на рис. 34. Взяв любые две точки на среднем участке построенной прямой, можно определить коэффициент поглощения μ как тангенс угла наклона прямой по формуле:

$$\mu = 2,3 \frac{\lg J_1 - \lg J_2}{d_2 - d_1} \left[\frac{\text{см}^2}{\text{мг}} \right] \quad (4)$$

а затем и толщину полупоглощения $d_{1/2}$ — по соотношению (3).

Для различных бета-активных изотопов прямые, полученные в полулогарифмическом масштабе, имеют разный наклон (разный μ). Если регистрируется бета-излучение смеси двух

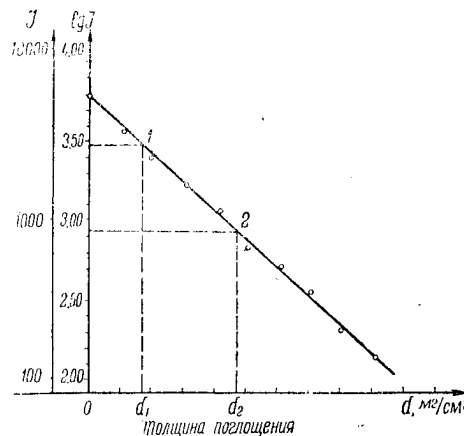


Рис. 34. Экспериментальный график ослабления бета-излучения, построенный в полулогарифмическом масштабе. По вертикали для наглядности даны две шкалы — $\lg J$ и J .

радиоизотопов, то имеет место сложная кривая, аналогичная графику, изображенному на рис. 30 (см. работу № 8). Анализ такой кривой поглощения и разделение компонент менее оправданы, чем в аналогичном случае для периодов полураспада; иногда этим приемом все же пользуются, если бета-спектры радиоизотопов резко отличаются по энергии.

Следует еще раз подчеркнуть, что закон поглощения (1') является лишь весьма грубым приближением, а кривая поглощения, построенная в полулогарифмических координатах, в интервале больших толщин резко отклоняется от прямой вниз. На рис. 35 это отклонение показано пунктирной кривой.

которая получается после вычитания фона из общей скорости счета. Сплошная кривая на рис. 35 построена без учета поправки на фон. Отклонение от экспоненты в области малых толщин—более тонкий эффект и его можно обнаружить, лишь применяя счетчики с особо тонким окошком, счетчики «без окна», работающие в проточном режиме (см. работу № 12) и 4π-счетчики (см. работу № 13).

Автором в Биофизической лаборатории ТСХА в 1955 году были сняты кривые поглощения бета-излучения C^{14} , S^{35} , Ca^{45} ,

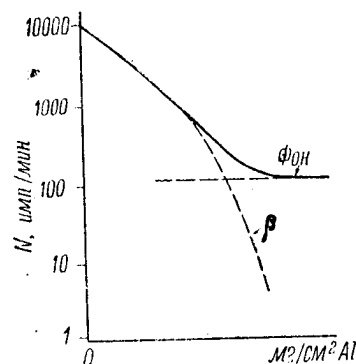


Рис. 35. Полулогарифмическая кривая ослабления бета-излучения в алюминии. Сплошная кривая построена для скорости счета N без вычитания фона. Пунктирная кривая (β) — для исправленной скорости счета J .

и др. изотопов, причем применяемые счетчики позволили довести начальный участок кривой поглощения до значений эффективной толщины $d_{\text{эфф}} = 0,38 \text{ мг/см}^2$ (эффективная толщина учитывает телесный угол, в который направлено бета-излучение, регистрируемое счетчиком). Точка, отвечающая нулевой толщине поглощающего вещества, была получена при помощи 4π-счетчика с внутренним введением образца. На рис. 36 представлена кривая поглощения (прохождения) бета-излучения C^{14} , полученная при помощи этой методики. Начальный участок кривой поглощения (сплошная линия), построенной в полулогарифмическом масштабе, заметно отклоняется вверх от прямой (пунктирная линия), соответствующей экспоненциальной зависимости. Этот факт имеет большое значение при определении абсолютной активности при помощи торцового счетчика (см. работу № 13), так как полученные данные свидетельствуют о том, что потерю бета-частиц в воздухе и окошке счетчика нельзя полностью учесть, пользуясь экспоненциальным законом. Аналогичные кривые были получены и для других изотопов. Методика и результаты этой работы опубликованы [2].

Поскольку кривая поглощения в полулогарифмическом масштабе, вообще говоря, не прямолинейна, толщина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$ различна на разной глубине поглотителя. Это относится и к μ . Тем не менее всегда имеется интервал толщин (приблизительно $0,05 R_m < d < 0,35 R_m$), на

котором полулогарифмическая кривая поглощения представляет прямую линию, что дает возможность определить μ и $d_{1/2}$ способом, рассмотренным выше (формула 4).

В упражнениях 1 и 2 настоящей работы этим методом изучается поглощение бета-излучения P^{32} и S^{35} .

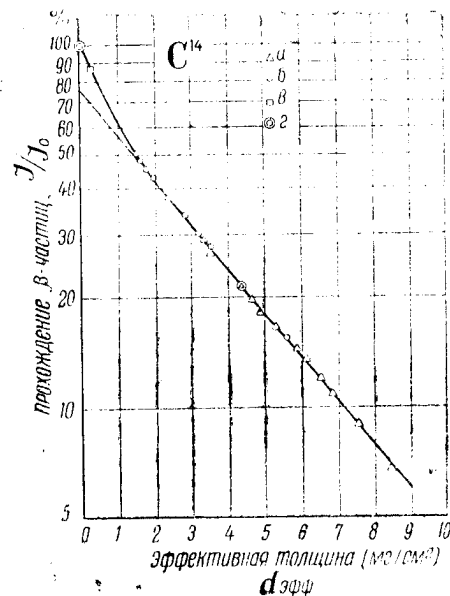


Рис. 36. Кривая ослабления бета-излучения C^{14} в области малых толщин поглощающего вещества. Экспериментальные точки: а — воздух и слюдяные поглотители (торцовый счетчик); б — гелий и слюдяные поглотители (проточный счетчик, с открытым окном); в — гелий без поглотителей; г — 4л-счетчик.

Отметим также, что название «кривая поглощения», часто встречающееся в литературе, не совсем точно отражает сущность исследуемой зависимости, так как мы имеем дело не с поглощенным, а с проникающим излучением. Поэтому правильнее было бы говорить о кривых прохождения или кривых ослабления, учитывая, что последний термин подразумевает и эффекты упругого рассеяния.

Таблица 2

Характеристики бета-излучения некоторых радиоактивных изотопов

Символ изотопа	Период полураспада $T_{1/2}$	Максимальная энергия β -спектра E_m , мэв	Толщина полупогло- щения $d_{1/2}$, мг/см ²	Коэффици- ент погло- щения μ , см ² /мг	Максималь- ный пробег в веществ- е R_m , мг/см ²
$^1_1\text{H}^3$	12,4г	0,018	0,28	—	0,62
$^{14}_6\text{C}^{14}$	5720л	0,155	2,7	0,26	20
$^{24}_{11}\text{Na}^{24}$	15,1ч	1,39	78	0,009	600
$^{32}_{15}\text{P}^{32}$	14,3д	1,708	115	0,006	780
$^{35}_{16}\text{S}^{35}$	87,1д	0,169	3,0	0,23	21
$^{45}_{20}\text{Ca}^{45}$	163д	0,254	5,5	0,126	57
$^{60}_{27}\text{Co}^{60}$	5,3г	0,306	7,3	0,095	80
$^{89}_{38}\text{Sr}^{89}$	54,5д	1,46	81	0,0085	660
$^{90}_{38}\text{Sr}^{90}$	~ 28л	0,61	22	—	180
$^{90}_{39}\text{Y}^{90}$	2,54д	2,27	150	—	1100
$^{185}_{74}\text{W}^{185}$	73,2д	0,43	11	0,063	120
$^{204}_{81}\text{Tl}^{204}$	2,7г	0,765	30	0,023	280

Данные, приведенные в таблице 2, нельзя рассматривать как окончательные и строго определенные. Даже значения периодов полураспада $T_{1/2}$ для некоторых изотопов (Sr^{90} , Tl^{204} и др.) до сих пор точно не установлены [3]. Что касается коэффициентов поглощения μ и толщин полупоглощения $d_{1/2}$, то указанные значения следует считать весьма относительными в силу упомянутых выше причин, которые связаны с условиями эксперимента. Поэтому, если возникает необходимость определения этих параметров бета-излучения, следует отдать предпочтение прямому эксперименту в данных конкретных условиях, имея в виду, что табличные значения могут служить лишь для ориентировки.

Данные по максимальным пробегам R_m более достоверны, однако и в этом случае ошибка может быть значительной. Значения максимальной энергии E_m обычно находятся по максимальным пробегам R_m при помощи эмпирических формул

(см. ниже), точность которых не лучше 5%. В связи с этим сведения о максимальных энергиях бета-излучения радиоизотопов, сообщаемые в литературе, нередко расходятся.

Дополнительно укажем эмпирически найденную зависимость между массовым коэффициентом поглощения μ $\left(\frac{\text{см}^2}{\text{г}}\right)$ и максимальной энергией бета-спектра E_m (мэв):

$$\mu = 22 \cdot E_m^{-1,33} \text{ при } E_m > 0,5 \text{ мэв} \quad (5)$$

Все сказанное выше справедливо и для позитронов. Надо заметить, что проникающая способность позитронов несколько отличается от проникающей способности электронов такой же энергии из-за того, что они по-разному рассеиваются при прохождении через электронную оболочку атомов среды. Однако различие не является особо существенным.

Поправка на поглощение. Изучая свойства бета-излучения и взаимодействие бета-частиц с веществом, мы не должны забывать, что основной задачей радиометрии является измерение активности радиоактивных препаратов. Имея перед собой эту цель, рассмотрим как влияет поглощение бета-частиц в веществе на результаты измерения активности при помощи газоразрядных счетчиков.

В описании работы № 6 (см. Радиометрия, ч. I) указывалось, что при любых измерениях со счетчиками существенное влияние оказывают десять факторов; некоторые из них были рассмотрены в соответствующих работах. Действие шестого фактора—поглощения бета-излучения в воздухе и стенке счетчика может быть учтено путем введения в результаты измерений поправки на поглощение, если принять, что для простого бета-спектра поглощение происходит по экспоненциальному закону (1').

Таким образом, поправка на поглощение определяется по формуле:

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu_{\text{масс}} z} \quad (6)$$

Здесь J и J_0 регистрируемая и искомая скорости счета, исправленные на мертвое время и фон. В толщину z входят выраженные в единицах поверхностной плотности толщина слоя воздуха $d_{\text{возд}}$ между препаратом и окном счетчика и толщина окна (стенки) счетчика $d_{\text{ст}}$. Следовательно,

$$z \left(\frac{\text{мг}}{\text{см}^2}\right) = x_{\text{возд}} \cdot \rho_{\text{возд}} + x_{\text{ст}} \cdot \rho_{\text{ст}} \quad (7)$$

Обычно толщина слюды торцового счетчика или катода цилиндрического счетчика указываются в паспорте счетчика непосредственно в массовых единицах (например, для счетчиков Т-25-БФЛ $d_{ст} = 1-2$ мг/см²). Поэтому, для определения z необходимо лишь измерить расстояние препарата от счетчика, $x_{возд}$.

$$z = 1,29 \cdot x_{возд} + d_{ст} \quad (7')$$

(Плотность воздуха при нормальных условиях $\rho_{возд} = 1,29$ мг/см³).

Строго говоря, вместо z следует брать $z_{эфф}$ — эффективную толщину суммарного поглощающего слоя, которая учитывает, что бета-частицы попадают в счетчик под различными углами и, следовательно, проходят слои поглотителя, большие его толщины z . Для длинного цилиндрического счетчика эффективная толщина в обычных условиях измерений примерно равна $z_{эфф} = 2z$; в случае торцового счетчика $z_{эфф}$ зависит от относительного телесного угла — геометрического фактора η (см. работу № 6) и возрастает с увеличением η . Таблица 3 иллюстрирует зависимость эффективной толщины поглощающего слоя от геометрического фактора при измерениях на торцовом счетчике.

Т а б л и ц а 3

Зависимость отношения $\frac{z_{эфф}}{z}$ от геометрического фактора η (см. [1] стр. 85)

Геометрический фактор η	$\frac{z_{эфф}}{z}$
0,05	1,05
0,1	1,12
0,15	1,18
0,2	1,27
0,25	1,37

Итак, для определения поправки на поглощение необходимо найти z по формулам (7) или (7'); затем, пользуясь таблицей 3 или графиком в книге [1] на стр. 85, определить $z_{эфф}$ и подставить его значение в формулу:

$$K_{погл} = e^{-\mu_{масс} z_{эфф}} \quad (8)$$

Коэффициент поглощения $\mu_{\text{масс}}$ находится из таблиц или определяется экспериментально по кривой поглощения.

Если вместо $\mu_{\text{масс}}$ пользоваться значением толщины половинного поглощения $d_{1/2}$, то формула (8) принимает следующий вид:

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = 2^{-\frac{z_{\text{эфф}}}{d_{1/2}}} \quad (9)$$

Поскольку экспоненциальный закон поглощения выполняется не точно (а для сложных бета-спектров он совсем не соблюдается), поправку на поглощение иногда определяют опытным путем. Для этого снимают несколько точек кривой поглощения (начальный участок) и строят в полулогарифмическом масштабе график, как показано на рис. 34. Затем на оси абсцисс влево от начала координат откладывают в выбранном масштабе величину $z_{\text{эфф}}$ и через эту точку проводят прямую, параллельную оси ординат. После этого полулогарифмическую кривую поглощения экстраполируют (продолжают) до пересечения с построенной прямой. Точка, полученная на новой оси ординат, и будет отвечать логарифму истинной скорости счета, $\lg J_0$. Коэффициент $K_{\text{погл}}$ определяется как отношение скорости счета без дополнительных поглотителей J_z к экстраполированному значению скорости счета при нулевой толщине поглотителя J_0 :

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0}$$

Как указывалось выше (см. рис. 36), такой способ экстраполяции не всегда оправдан (особенно для мягких бета-излучений), ибо ход кривой поглощения в очень тонких первых слоях поглотителя может существенно отличаться от ее дальнейшего хода.

При относительных измерениях активности, когда сравниваются скорости счета серии образцов, содержащих один и тот же изотоп, поправку на поглощение в воздухе и стенке счетчика следует вводить лишь в случае, если нарушается стандартизация условий измерения (меняется расстояние, телесный угол и т. п.). Однако, если результаты измерения характеризуют, например, степень поступления радиоизотопа в тот или другой орган растения или животного, то для правильной интерпретации данных следует обязательно ввести поправку на поглощение, особенно в случае мягкого бета-излучения (C^{14} , S^{35} , Ca^{45} и др.).

При абсолютных измерениях поправка на поглощение является одной из наиболее существенных поправок.

Принадлежности:

1. Установка типа Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Радиоактивные препараты: P^{32} на слюде, S^{35} (C^{14}) на слюде, эталон U^{238} .
4. Набор алюминиевых поглотителей—10 шт.
5. Набор слюдяных пластинок толщиной от 2 до 12 мг/см².
6. Миллиметровая бумага, таблицы логарифмов, таблицы функции e^x и e^{-x} .

Упражнение 1

Снятие кривой поглощения бета-излучения изотопа P^{32} в алюминии. Определение $\mu_{\text{масс}}$ и $d_{1/2}$.

Порядок выполнения упражнения следующий.

После включения, прогрева и проверки работы установки Б-2 измеряют, как всегда, эталон и фон. Фон желательно измерять в течение 10 минут. Результаты измерения фона записывают сверху таблицы 4. Помещают препарат P^{32} (на слюде) на такую позицию этажерки (столика) чтобы скорость счета составляла 6000—8000 *имп/мин*. При соответствующем выборе активности препарата рекомендуется такую скорость счета получать с 6-й позиции. Измеряют скорость счета в отсутствии алюминиевых поглотителей перед окошком счетчика. После этого, помещая алюминиевые пластинки (сначала одну, затем две и т. д.) на 2-ю позицию столика, измеряют соответствующие скорости счета N_d . Толщина каждой пластинки алюминия в этом упражнении составляет 26 мг/см². Если толщина пластинки d (в единицах поверхностной плотности) неизвестна, то ее определяют как частное от деления массы пластинки на ее площадь, $d = \frac{m}{S}$. Опыт заканчивают, когда на 2-й позиции наберется 10 алюминиевых пластинок, т. е. будет использован весь набор поглотителей.

Время отдельных измерений следует выбирать с таким расчетом, чтобы при каждом измерении регистрировалось не менее 2500 импульсов. Это обеспечит точность показаний не хуже 2% (см. работу № 7). Результаты заносят в таблицу 4 по ходу выполнения упражнения. Поправка на мертвое время вводится по таблице поправок или по соответствующей формуле (см. работу № 5).

Таблица 4

Счетчик торцовый Т-25-БФЛ № _____ $d_{ст} = \dots$ мг/см². $V_p = \dots$ вольт. $k=64$ $N_\phi = \dots$ имп/мин.

№ измерения	Толщина алюминия d в мг/см ²	Время измерения t , мин.	Показания э.-м. счетчика a (в)	Число импульсов n имп.	Скорость счета N имп/мин	С учетом поправки на мертвое время N_0	С учетом фона $J = N_0 - N_\phi$	lgJ
1	0							
2	26							
3	52							
и т. д.	и т. д.							

По данным таблицы 4 строят график, откладывая по горизонтальной оси величину d , а по вертикальной— lgJ (рис. 34). По графику определяют массовый коэффициент поглощения $\mu_{масс}$ как угловой коэффициент полученной прямой (см. формулу (4)). Толщина половинного поглощения $d_{1/2}$ находится из соотношения (3).

Упражнение 2

Снятие кривой поглощения бета-излучения S^{35} (или C^{14}) в слюде при помощи торцового счетчика

Для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение, удобнее снимать кривую поглощения при помощи тонких слюдяных пластинок.

Прежде чем приступить к выполнению упражнения, снова измеряют фон в течение 10 минут. Исследуемый препарат устанавливают на 4—6 позицию, добиваясь скорости счета ≈ 6000 имп/мин. Первое измерение проводят без слюдяных фильтров. Затем поочередно на 1-ю позицию столика помещают слюдяные пластинки, последовательно увеличивая их толщину (толщина указана на каждой пластинке). Получают примерно 7—8 экспериментальных точек при толщине слюды от 2 до 12 мг/см². Если в наборе отсутствуют пластинки некоторой толщины в этом интервале, то измерение проводят с двумя или тремя слюдяными пластинками, набирая в сумме

нужную толщину поглотителя. В каждом измерении следует регистрировать не менее 1000 импульсов, что обеспечит статистический разброс $\sim 3\%$.

Полученные данные вносят в таблицу, аналогичную таблице 4 (упр. 1) и строят полулогарифмический график, по которому определяют $\mu_{\text{масс}}$ и $d_{1/2}$. Указанный график для S^{35} (C^{14}) можно построить рядом с графиком для P^{32} . При этом масштаб по оси абсцисс следует растянуть по сравнению с предыдущим графиком, ибо для мягкого бета-излучения мы имеем дело с малыми толщинами поглощения.

Упражнение 3

Определение поправки на поглощение бета-частиц S^{35} (C^{14}) в слое воздуха и окошке счетчика

1. Поправку на поглощение бета-излучения S^{35} (C^{14}) в слое воздуха между препаратом и счетчиком и окошке счетчика $K_{\text{погл}}$ определяют по формуле (8), подставляя в нее полученное значение $\mu_{\text{масс}}$ и $z_{\text{эфф}}$. В указанных в упражнении 2 условиях измерения геометрический фактор не превышает значения 0,05. Поэтому при определении $K_{\text{погл}}$ можно не учитывать отличия отношения $z_{\text{эфф}}/z$ от единицы (см. таблицу 3) и пользоваться формулой

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu_{\text{масс}} z}$$

Полученная величина характеризует ослабление бета-излучения S^{35} (C^{14}) на пути от препарата до чувствительного объема счетчика. Определив $K_{\text{погл}}$, находят J_0 . При вычислении $K_{\text{погл}}$ нужно пользоваться таблицами функции e^{-x} .

2. Поправку на поглощение определяют методом экстраполяции начального участка полулогарифмического графика к нулевой толщине поглотителя (см. выше, стр. 35). Точка пересечения экстраполированного графика с новой осью ординат дает значение $\lg J_0$. По таблицам антилогарифмов находят величину J_0 и определяют ослабление бета-частиц (поправку на поглощение) как отношение J_z к J_0 , где J_z — скорость счета без дополнительных поглотителей (берется из данных упражнения 2), а J_0 — скорость счета, приведенная к нулю поглощения и полученная путем экстраполяции.

В заключение нужно сравнить значения $K_{\text{погл}}$, полученные тем и другим способами.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Бочкарев, И. Кеирим-Маркус и др. Измерение активности источников бета- и гамма-излучений. Изд-во АН СССР, Москва, 1953.
2. С. П. Целищев и А. О. Фурман. Поглощение бета-излучения в тонких слоях вещества и его роль при абсолютных измерениях бета-активности. Журнал «Известия ТСХА» № 3, 1957.
3. Б. С. Желепов и Л. К. Пекер. Схемы распада радиоактивных ядер. Изд-во АН СССР, Москва—Ленинград, 1958.
4. Н. Г. Гусев. Справочник по радиоактивным излучениям и защите. Медгиз, Москва, 1956.

РАБОТА № 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКСИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ БЕТА-СПЕКТРА МЕТОДОМ ПОЛНОГО ПОГЛОЩЕНИЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИЗОТОПА

Максимальный пробег R_m . Зависимость максимального пробега бета-частиц от энергии E . Важнейшей характеристикой бета-излучения радиоактивного изотопа является величина максимального пробега бета-частиц в веществе.

Из графика рис. 32, а также из рис. 35 видно, что существует некоторая толщина поглотителя R_m , которая полностью задерживает все бета-частицы начального потока. При $d=R_m$ экспериментальная кривая ослабления переходит в прямую, отвечающую постоянному уровню фона счетчика. Эта величина R_m , весьма важная для практической радиометрии, носит название **максимального пробега** бета-излучения в веществе. Поскольку бета-излучение данного радионуклида обладает непрерывным энергетическим спектром (см. бета-спектр, рис. 31) с определенным значением E_m , то очевидно максимальный пробег соответствует пробегу в веществе бета-частиц максимальной энергии. Частицы, обладающие меньшей энергией, имеют пробеги меньшие R_m . Наличие толщины полного поглощения бета-частиц является причиной, объясняющей отклонение кривой ослабления от экспоненты на больших толщинах (рис. 32).

Согласно данному определению, максимальный пробег не следует смешивать с длиной истинного пути электрона в веществе, которая из-за многократного рассеяния электрона значительно превышает величину максимального пробега. Пробеги измеряются в единицах толщины поглотителя и имеют размерность $[г/см^2, мг/см^2]$. Как уже указывалось, в этом случае величина пробега мало зависит от природы поглощающего материала, увеличиваясь от алюминия до свинца не более, чем на 20%. Обычно максимальный пробег бета-

частиц выражают толщиной слоя полного поглощения в алюминии R_{Al} . Пользуясь соотношением

$$R_M = R_{Al} \frac{(Z/A)_{Al}}{Z/A}, \quad (1)$$

где Z — атомный номер и A — атомный вес вещества, можно рассчитать толщину слоя полного поглощения в любом веществе.

Между максимальным пробегом и максимальной энергией бета-спектра существует следующая зависимость, справедливая для $E_M > 0,8 \text{ мэв}$:

$$R_M = 0,542 E_M - 0,133, \quad (2)$$

где энергия E_M выражена в миллионах электрон-вольт, а R_M — в г/см^2 Al . Этой формулой с некоторым приближением можно пользоваться не только для алюминия, но и для других поглощателей.

В области энергий меньше $0,8 \text{ мэв}$ можно воспользоваться приближенным эмпирическим соотношением, полученным для алюминия:

$$R_M = 0,407 E_M^{1,38} \quad \text{при } 0,15 \text{ мэв} < E_M < 0,8 \text{ мэв} \quad (3).$$

На рис. 37 изображена зависимость R_M от E_M (кривая пробег — энергия) для более широкого диапазона энергий. По оси абсцисс этого графика отложен пробег в алюминии в мг/см^2 , а по оси ординат — энергия в мэв . При пользовании формулами (1) и (2) и приведенным графиком следует помнить, что величина R_M определяется по ним с точностью до 5—7%. Значения R_M для бета-спектров некоторых изотопов приведены в последнем столбце таблицы 2 (см. работу № 9, стр. 32).

Знание величин максимальных пробегов бета-излучения радиоизотопов позволяет решать ряд практических задач, как то: рациональный выбор типа счетчика частиц, определение предельной толщины изделий, просвечиваемых при помощи бета-частиц, расчет экранов, защищающих от бета-излучений, и т. п.

В таблице 1 представлены выраженные в линейных единицах максимальные пробеги бета-частиц некоторых радиоизотопов в различных средах — воздухе, воде, алюминии и свинце.

Таблица 1

Максимальные пробеги бета-частиц в различных веществах, R_M

Изотоп	Воздух, см	Вода или ткань, мм	Алюминий, мм	Свинец, мм
$^1\text{H}^3$	~ 0,5			
$^{14}\text{C}^{14}$	16	0,2	0,075	0,02
$^{35}\text{S}^{35}$	17	0,21	0,08	0,02
$^{45}\text{Ca}^{45}$	46	0,6	0,21	0,05
$^{204}\text{Tl}^{204}$	225	2,8	1,00	0,25
$^{90}\text{Sr}^{90}$	530	6,6	2,45	0,6
$^{32}\text{P}^{32}$	620	8,0	3,0	0,75

Эти значения легко получить, взяв из таблицы 2 (раб. № 9, стр. 32) величину R_M (мг/см²) и деля ее на плотность ρ (мг/см³) данного вещества, $R_{\text{см}} = \frac{R \text{ (мг/см}^2\text{)}}{\rho \text{ (мг/см}^3\text{)}}$.

Весьма широко распространены измерения максимального пробега с целью определения максимальной энергии бета-спектра. Нужно отметить, что точные определения максимальных энергий бета-спектров могут быть осуществлены только с помощью бета-спектрометров, но все же в большинстве случаев измерения поглощения являются значительно более удобными.

Точность абсорбционного метода определения E_M ограничивается как ошибками при измерении максимального пробега, так и (главным образом) точностью соотношений, связывающих E_M и R_M . Влияние первой причины в основном объясняется зависимостью измеряемых пробегов (практических пробегов) от начальной интенсивности излучения радиоактивного образца. Действительно, в бета-спектре доля частиц, обладающих максимальной энергией, мала. Поэтому начальная интенсивность бета-излучения препарата определяет в конечном счете абсолютное число бета-частиц с энергией, равной E_M . Чем больше таких частиц испускается препаратом, тем выше точность измерения максимального пробега. На основании сказанного в опытах по определению R_M следует пользоваться высокоактивными препаратами (начальная скорость счета должна быть не менее 8000—10 000 *имп/мин*).

Что касается эмпирических соотношений $R_M = f(E_M)$ или $E_M = f(R_M)$, примерами которых могут служить уравнения (2) и (3), то их справедливость ограничена ошибкой в 5—7%, которая в конце концов и является нижним пределом точности всего метода.

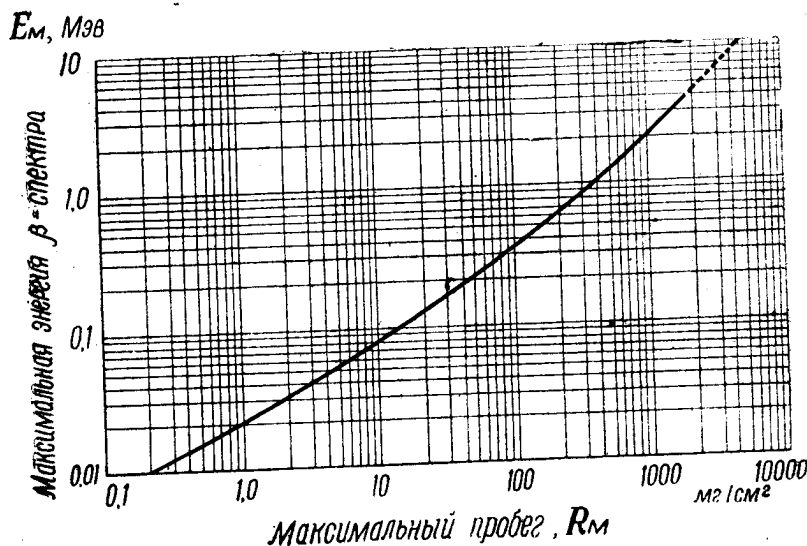


Рис. 37. Зависимость между максимальной энергией и максимальным пробегом β-частиц в алюминии.

Соотношения (2) и (3) могут быть переписаны следующим образом, удобным для практического пользования (значения R_M везде выражены в г/см²):

$$E_M = (1,85R_M + 0,245) \text{ Мэв} \quad (4)$$

для $R_M > 0,3 \text{ г/см}^2$

$$E_M = 1,92R_M^{0,725} \text{ Мэв} \quad (5)$$

для $0,03 < R_M < 0,3 \text{ г/см}^2$

Для бета-спектров с очень малым значением максимальной энергии ($0,03 \text{ Мэв} < E_M < 0,15 \text{ Мэв}$) можно указать приближенное соотношение вида:

$$E_m = (6,67R_m + 0,0186) \text{ мэв}$$

$$\text{для } 0,002 < R_m < 0,020 \text{ г/см}^2 \quad (6)$$

Определение максимального пробега R_m методом полного поглощения. Метод непосредственного измерения максимального пробега по поглощению бета-частиц в веществе весьма прост, но применим лишь в случае чистых бета-излучателей. Допустимый уровень фона ядерного гамма-излучения или тормозного излучения должен составлять менее 0,5% от начальной бета-активности. В противном случае очень трудно определить толщину поглотителя, при которой прекращается регистрация бета-частиц. В качестве поглощающего материала, обычно употребляется алюминий, для которого и были найдены соотношения (2—6).

В данном практикуме для абсорбционных измерений используется торцовый счетчик Т-25-БФЛ с тонким окошком.

Точечный источник исследуемого бета-излучения нанесен на тонкую слюдяную пластинку, которая укреплена в плексигласовой кассете и устанавливается на определенную позицию столика для образцов. Расстояние между препаратом и счетчиком обычно не менее 3,0 см. В процессе работы измеряется скорость счета импульсов при различной толщине слоя поглотителя. Последнего достигают, складывая вместе различное число листов алюминиевой фольги и помещая их по возможности ближе к счетчику (на 1-ю или 2-ю позиции). Схема расположения счетчика, источника и поглотителя изображена на рис. 32. По мере увеличения толщины слоя алюминия скорость счета частиц N уменьшается и при больших толщинах d приближается к скорости счета фона N_f . Все измерения проводятся в свинцовом домике, обеспечивающем минимальный уровень фона. По результатам измерений строят график зависимости скорости счета от толщины поглотителя в простом масштабе, $N=f(d)$.

Для определения величины максимального пробега на график наносят прямую, соответствующую постоянному уровню фона, и из точки, в которой эта прямая касается экспериментальной кривой поглощения, опускают перпендикуляр на ось d . Полученный отрезок на оси абсцисс d_m еще не является величиной максимального пробега R_m , поскольку в последнюю также входят толщина слоя воздуха между препаратом и счетчиком и толщина окошка счетчика, $z = x_v \cdot \rho_v + d_{ст}$ (см. работу № 9, формула 7').

Таким образом, толщина поглотителя с учетом указанных поправок будет равна

$$d_{\text{полн}} = d_m + d_{\text{возд}} + d_{\text{ст}} = d_m + z \quad [\text{мг/см}^2] \quad (7)$$

Как упоминалось в предыдущей работе, лишь небольшая доля частиц проходит через поглотитель кратчайшим путем, падая перпендикулярно к его поверхности; пути большинства частиц наклонены. Поэтому следует рассматривать эффективную толщину поглотителя $d_{\text{эфф}}$, которая будет больше, чем $d_{\text{полн}}$, рассчитанная по формуле (7). Отношение $\frac{d_{\text{эфф}}}{d_{\text{полн}}}$ находится по таблице 3 (см. раб. № 9, стр. 34) в зависимости от величины телесного угла η . Для наших условий (6 позиция, $\eta \sim 0,03$) поправка на эффективную толщину поглотителя составляет приблизительно 1,03, так что:

$$d_{\text{эфф}} = 1,03 \cdot d_{\text{полн}} \quad (8)$$

Возможно, что введение поправки на эффективную толщину в этом методе не является строго обязательным, так как величина этой поправки, как правило, лежит в пределах точности абсорбционных измерений.

Наконец, нужно принять во внимание поглощение излучения в толще самого образца, так называемое самопоглощение (подробнее см. работу № 11). При абсорбционных измерениях приближенно принимают, что самопоглощение бета-излучения в препарате конечной толщины ($I_{\text{пр}} \sim d_{1/2}$) таково, как если бы бесконечно тонкий препарат был экранирован слоем поглотителя с толщиной, равной половине толщины самого препарата $\left(\frac{I_{\text{пр}}}{2}\right)$. Если этой величиной нельзя пренебречь, то она прибавляется к эффективной толщине поглотителя $d_{\text{эфф}}$. Однако в большинстве случаев для определения максимального пробега пользуются очень тонкими ($I_{\text{пр}} \ll d_{1/2}$) препаратами и влиянием самопоглощения излучения пренебрегают. Окончательно для толщины полного поглощения имеем:

$$d_{\text{полн}} = d_{\text{эфф}} + \frac{I_{\text{пр}}}{2} \quad (9)$$

Эту величину и принимают за максимальный пробег R_m . В условиях данного практикума для определения R_m достаточно воспользоваться формулой:

$$R_M = d_{\text{эф}} = 1,03 \cdot (d_M + z) \text{ мг/см}^2 \quad (10),$$

так как поправка на самопоглощение практически не влияет на результат.

Описанный метод имеет следующий недостаток. Так как число электронов с энергией, близкой к максимальной, невелико (см. рис. 31), а фон счетчика всегда составляет заметную величину, то место пересечения кривой поглощения с уровнем фона (конец) трудно установить с большой точностью. Кроме того, даже при полном поглощении бета-излучения скорость счета оказывается несколько больше, чем фон счетчика, и кривая поглощения вообще не касается горизонтальной прямой $N_{\text{ф}}$, а идет почти параллельно ей. Это вызывается вторичным рентгеновским (тормозным) излучением, возникающим в поглотителе под действием быстрых бета-частиц. Поэтому при определении толщины d_M , поглощающей все бета-излучение, можно допустить произвольную ошибку.

В настоящей работе рекомендуется, последовательно увеличивая число алюминиевых пластинок, снимать кривую поглощения до тех пор, пока не будут получены три повторяющихся результата (в пределах статистических ошибок), т. е. пока не наступит колебание регистрируемой скорости счета около некоторого постоянного значения. Поскольку в ходе работы скорость счета обычно уменьшается на 2—3 порядка, желательно построить два графика $N=f(d)$, изобразив на втором графике только конец кривой в более крупном масштабе. По второму графику и определяется толщина d_M . Если по графику трудно найти эту величину, то можно принять ее как абсциссу второй точки из трех повторяющихся экспериментальных точек.

От найденного по формуле (10) значения R_M переходят к максимальной энергии E_M бета-спектра, воспользовавшись формулами (4), (5) или (6) или графиком, приведенным на рис. 37.

По величине E_M можно идентифицировать неизвестный изотоп, пользуясь таблицей изотопов. При идентификации изотопа рекомендуется дополнительно по первому (общему) экспериментальному графику определить толщину полупоглощения $d_{1/2}$. Эта величина находится непосредственно как толщина поглотителя, снижающая начальную скорость счета вдвое.

Значение E_M и $d_{1/2}$ дает возможность назвать исследуе-

мый радиоактивный изотоп, что и является конечной целью данной работы.

В заключение необходимо упомянуть о других методах определения максимальной энергии бета-спектра, использующих эффект поглощения бета-излучения в веществе.

Когда бета-распад сопровождается значительным фоном посторонних излучений (жесткого бета- или гамма-излучения) или, если характер работы допускает применение лишь слабых источников бета-частиц, метод полного поглощения не дает возможности получить надежные результаты.

С особой осторожностью следует относиться к наличию в препарате гамма-излучения. Последнее, в отличие от натурального фона, не дает неизменной загрузки счетчика на протяжении всего опыта снятия кривой поглощения. Сначала регистрируемый гамма-фон возрастает, пока полная толщина поглотителя не достигает величины пробега комптон-электронов, затем остается постоянным или даже убывает, если мягкая гамма-компонента испытывает заметное поглощение в слое вещества. Высокий уровень гамма-фона маскирует конечный участок кривой поглощения бета-частиц, в результате чего получаются сильно заниженные значения пробегов.

Чтобы устранить указанные затруднения пользуются сравнительным методом, позволяющим выражать пробег бета-частиц любого радиоактивного вещества через величину пробега стандартного бета-излучателя и оперировать преимущественно со средними участками кривых поглощения.

В сравнительном методе Физера [3] кривая поглощения неизвестного излучателя сравнивается с кривой поглощения стандарта, которым может служить любой чистый бета-излучатель, обладающий простым бета-излучением и нормальной формой спектра. Метод Физера дает возможность определить максимальную энергию бета-частиц с более высокой точностью, чем метод полного поглощения. Однако в данном руководстве мы не имеем возможности останавливаться на этом методе так же, как и на методе Харлея и Хальдена [4], использующем для определения E_m начальный участок кривой поглощения, полуэмпирическом методе Блойлера и Цунти [5] и др.

Несмотря на указанные недостатки рассмотренного метода полного поглощения, он остается наиболее простым и практически пригодным для оценки величины E_m в исследованиях, связанных с применением бета-излучающих радиоизотопов.

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Столик-подставка для препаратов и поглотителей.
4. Бета-радиоактивный препарат на слюде в плексигласовой кассете.
5. Эталон U^{238} .
6. Набор алюминиевых поглотителей толщиной $\approx 0,1$ мм.
7. Таблицы логарифмов, таблицы e^{-x} и e^x , таблица изотопов.
8. Миллиметровая бумага, лекало, линейка.

Упражнение 1

Определение максимальной энергии бета-спектра радиоактивного изотопа методом полного поглощения

После прогрева установки Б-2 проверяют правильность действия пересчетного прибора в течение 1 минуты. Затем измеряют эталон и сравнивают результаты измерения с данными предыдущих замеров. Если скорость счета при измерении эталона отличается более, чем на $3D_{\text{эт}}$ от среднего арифметического из всех показаний, то необходимо вновь снять счетную характеристику счетчика Т-25-БФЛ, выбрать оптимальное рабочее напряжение и снова измерить эталон. В случае неудовлетворительной характеристики (исчезновение плато, большой наклон плато и т. п.) счетчик следует заменить.

После контроля режима работы счетчика приступают к измерению фона. В упражнении требуется определить фон со статистической точностью не хуже 4% ($\delta_{\text{ф}} = 0,04$). Число импульсов, которое при этом следует набрать, определяется формулой

$$n_{\text{ф}} = \frac{1}{\delta_{\text{ф}}^2} \quad (\text{см. работу № 7}).$$

Кассету с радиоактивным препаратом устанавливают на 6-ю позицию и измеряют скорость счета бета-частиц в отсутствии поглотителя, пользуясь кратностью пересчета $k=64$. Для успешного выполнения работы начальная скорость счета должна составлять не менее 8000 *имп/мин*.

Помещая затем алюминиевую фольгу между препаратом и счетчиком на 1-ю или 2-ю позиции, вновь измеряют скорость счета. Продолжают увеличивать таким же способом слой поглотителя до тех пор, пока не прекратится спад скорости счета импульсов. По мере поглощения излучения длительность измерений должна возрастать с тем, чтобы общее число импульсов, зарегистрированное в течение отдельного измерения, составляло не менее 1000 (это обеспечивает статистическую

точность $\sim 3\%$). При этом, однако, время каждого измерения не должно быть менее 1 и более 20 минут.

При расчете толщины поглотителя следует воспользоваться соотношением $d = \frac{m}{S}$ (мг/см²), где m — масса одной алюминиевой пластинки, а S — ее площадь. Ориентировочно, толщина каждого фильтра составляет $d \approx 26$ мг/см². Общую толщину поглотителя находят суммированием толщин всех пластинок. Как указывалось выше, желательно провести измерения до получения трех повторяющихся (в пределах точности измерений) результатов.

Значения регистрируемых скоростей счета следует исправить лишь на мертвое время, а вычитание фона не производить.

Результаты измерений и расчетов сводят в таблицу 2.

Таблица 2

Определение слоя полного поглощения d_m бета-частиц в алюминии

Установка Б-2 № , Торцовый счетчик Т-25-БФЛ

$V_p =$ вольт. $k=64$ $d_{ст} =$ мг/см².

Позиция № $N_{\phi} =$ имп/мин.

№ п.п.	Толщина алюминиевого поглотителя, d_{Al} мг/см ²	Время от- дельного из- мерения t , мин.	Показания прибора а (в)	Общее число импульсов, n имп.	Скорость счета N имп/мин	Скорость счета, ис- правленная на мертвое время $N_{испр}$ имп/мин.	Относитель- ная ошибка $\sigma = \frac{1}{\sqrt{n}} 100\%$
1	0						
2							
3							
и т.д.							

Толщина полного поглощения $d_m =$ мг/см².

Максимальный пробег β -излучения $R_m =$ мг/см².

Максимальная энергия β -спектра $E_m =$ мэв.

Толщина полупоглощения $d_{1/2} =$ мг/см².

Идентифицированный радионизотоп

По данным таблицы 2 нужно построить два графика $N_{испр} = f(d_{Al})$: первый из них изображает всю кривую поглощения (от начала до конца), второй — конечную часть

кривой. На графиках проводят горизонтальные прямые, отвечающие уровню фона N_{ϕ} . По второму графику определяется величина d_m , а затем по формуле (10) — максимальный пробег R_m . В зависимости от величины R_m находят E_m по соответствующим формулам (4) или (5). По первому графику определяют толщину полупоглощения $d_{1/2}$, пользуясь начальным участком кривой.

Наконец, записав все полученные результаты и воспользовавшись таблицей изотопов, идентифицируют исследуемый радиоактивный изотоп.

Указания:

1. При пользовании формулой (10) учесть, что $z = d_{ст} + 1,29 \cdot x_{возд}$, где $x_{возд} = 3,0$ см для 6-й позиции.
2. Формулу (5) можно преобразовать в виду $\lg E_m = \lg 1,92 + 0,725 \lg R_m$, удобному для вычислений. Здесь также R_m выражено в г/см², а E_m в мэв.

Упражнение 2

Задача

При определении максимального пробега бета-частиц неизвестного радиоактивного изотопа получили значение $R_m = 660$ мг/см².

Найти максимальную энергию бета-спектра E_m данного радиоизотопа и вычислить во сколько раз ослабляет данное бета-излучение стеклянная пластинка толщиной в 1 мм.

Указания:

1. Плотность стекла взять равной 2,5 г/см³.
2. Толщину половинного поглощения бета-частиц определить приближенно по графику на рис. 33 (стр. 28).

Ответ: \approx в 16 раз.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бочкарев В., Кеирим-Маркус И. и др. «Измерение активности источников бета- и гамма-излучений». Изд. АН СССР, Москва, 1953 г.
2. С. М. Райский и В. Ф. Смирнов — «Физические основы метода радиоактивных индикаторов». ГИТТЛ, Москва, 1956 г.
3. А. Н. Несмеянов, В. Н. Баранов и др. — «Практическое руководство по радиохимии». Глава II, 1. Госхимиздат, Москва, 1956.
4. J. H. Harley, N. Hallden. Nucleonics. 13. № 1, 32, 1955.
5. «Сборник практических работ по радиохимии». Изд-во Ленинградского университета, часть I. 1956.

РАБОТА № 11

САМООСЛАБЛЕНИЕ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ В ОБРАЗЦЕ. ОБРАТНОЕ РАССЕЯНИЕ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ ОТ ПОДЛОЖКИ ОБРАЗЦА

В работе изучаются два эффекта, существенно влияющих на результаты измерения активности исследуемых образцов: самоослабление бета-излучения в слое радиоактивного образца и обратное рассеяние бета-частиц от подложки (подкладки) образца.

Самоослабление бета-излучения в образце

При измерении активности бета-излучения образцов приходится учитывать эффект самоослабления, который заключается в том, что при использовании препаратов некоторой толщины испускаемые радиоизотопом бета-частицы поглощаются и рассеиваются в толще самого препарата, не доходя до его поверхности.

Предположим, что мы имеем несколько радиоактивных образцов одинаковых по площади, но различных по толщине (в мг/см^2); кроме того, допустим, что радиоактивные атомы в образцах распределены равномерно, а удельная активность всех образцов (число распадов в единицу времени на 1 г вещества) одна и та же.

На рис. 38 изображены 6 таких образцов, каждый из которых условно разбит на слои одинаковой толщины. Пусть каждый такой слой посылает в сторону счетчика одинаковое число частиц за данное время—на рис. 38 это показано тремя стрелками, исходящими с каждого слоя. Из первого и второго слоев на счетчик попадают все частицы (6 стрелок); из третьего слоя через препарат проходит лишь две трети направленного на счетчик бета-излучения—на рис. 38 из препарата № 3 выходит 8 стрелок вместо 9; четвертый по толщине препарат еще больше поглощает бета-частицы (прохождение показано 10-ю

стрелками из 12); из пятого, шестого и последующих слоев ни одна частица на счетчик уже не попадает—счетчик регистрирует для 5-го и 6-го образцов то же число частиц, что и для 4-го образца. Дальнейшее увеличение толщины препарата за счет наращивания новых слоев не меняет картины—скорость счета остается постоянной и определяется лишь радиоактивностью верхних слоев, суммарная толщина которых соответствует величине максимального пробега β -частиц данного радиоизотопа.

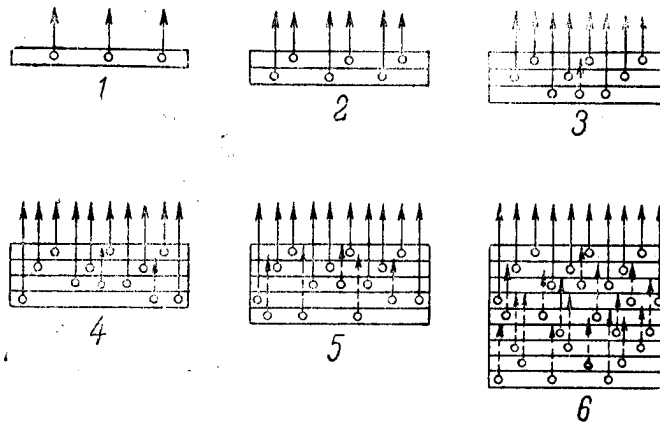


Рис. 38. Схема поглощения излучения в самом образце.

На рис. 39 графически изображена эта зависимость. На горизонтальной оси отложены толщины образцов l в $\text{мг}/\text{см}^2$ (в условном масштабе), а на оси ординат—соответствующие скорости счета J в имп/мин. В отсутствии самоослабления бета-излучения зависимость между скоростью счета (активностью) и толщиной образца должна быть выражена прямой, ибо общая активность пропорциональна толщине радиоактивного образца. На самом деле измеренная скорость счета, начиная с некоторой толщины будет меньше ожидаемой, и эта разница увеличивается с ростом толщины препарата (кривая АБВ). Отношение ординаты каждой точки экспериментальной кривой к соответствующей ординате прямой линии, показывающее, какая доля излучения регистрируется при данной толщине препарата, называется коэффициентом самоослабления.

Ослабление интенсивности излучения в веществе радиоактивного препарата является сложной комбинацией эффек-

тов саморассеяния и самопоглощения. Коэффициент самоослабления (менее строго его называть коэффициентом самопоглощения) определяется как отношение скорости счета источника данной толщины l к скорости счета непоглощающего источника. Если обозначить соответствующие скорости счета после введения поправок на мертвое время и фон через J и J_0 , то коэффициент самоослабления

$$s = \frac{J}{J_0} \quad (1)$$

Величина коэффициента самоослабления помимо толщины препарата зависит также от атомного номера материала ис-

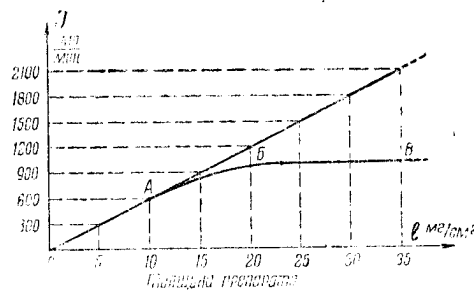


Рис. 39. Зависимость скорости счета от толщины препарата при постоянной удельной активности (кривая самоослабления).

точника и максимальной энергии бета-частиц. Точный вид зависимости коэффициента s от указанных факторов пока не установлен, поэтому учет самоослабления при измерении активности образцов (в тех случаях, когда это необходимо делать) должен быть проведен путем опытного определения коэффициента s для каждого изучаемого изотопа в отдельности и именно в том веществе (соединении), с которым предполагается работать.

Экспериментальное определение поправки на самоославление проводится способом, аналогичным рассмотренному выше примеру. Препараты разной толщины, имеющие одну и ту же удельную активность, можно получить, например, путем осаждения из кратных объемов радиоактивного раствора. При этом нужно соблюдать условие, чтобы все образцы имели

одинаковую площадь и равномерное распределение активных атомов. К полученной кривой самоослабления проводят касательную в начале координат (рис. 39), по которой и находят значения J_0 —истинной скорости счета—для каждой толщины препарата, а затем и коэффициент s .

Рассматривая рис. 39, мы видим, что кривую самоослабления можно разбить на 3 участка: ОА, АВ и ВВ. Соответствующие этим участкам кривой препараты условно называют тонкими, средними и бесконечно толстыми.

На участке ОА (тонкие образцы) кривая самоослабления как-будто сливается с прямой, соответствующей истинной активности и, следовательно, поправку на самоославление можно не учитывать ($s = 1$). Однако, на самом деле, при малых толщинах ($l \sim 3-10\% R_m$) кривая идет несколько выше прямой (это не показано на рисунке), что соответствует увеличению скорости счета по сравнению с истинным значением ($J > J_0$). Этот эффект объясняется фокусирующим действием материала образца, т. е. рассеянием бета-излучения, приводящим к увеличению числа частиц, направленных в сторону счетчика. Из-за рассеяния бета-излучения в препарате форма кривой самоослабления становится сложной и практически затруднительно определить направление касательной—касательная оказывается в то же время и секущей. При увеличении толщины препарата эффект самопоглощения перекрывает эффект фокусирования—кривая идет ниже прямой.

Участок ОА характерен для препаратов, толщина которых ориентировочно лежит в пределах $0 < l < d_{1/2}$. Если рассматривать очень тонкие образцы ($0 < l < 0,2d_{1/2}$), то в этом случае, как правило, поправки вводить не нужно, так как эффекты рассеяния и самопоглощения на таких толщинах сказываются еще слабо. Однако, если требуется высокая точность ($< 1\%$), то пренебрегать самоослаблением можно лишь при $l \sim 0,01d_{1/2}$.

Участок АВ кривой самоослабления обычно более протяженный, чем это показано на рис. 39. Эта часть кривой отвечает самопоглощению в образцах, толщина которых находится в широком интервале $d_{1/2} < l < R_m$ —средние образцы. Поправку на самопоглощение для средних образцов можно найти по графику вышеуказанным способом.

Достоверность графического определения коэффициента s и в этом случае ограничивается трудностями при проведении касательной к кривой самоослабления.

Выражение для коэффициента самоослабления на участке

АБ можно получить из теоретических соображений, если исходить из экспоненциального закона поглощения бета-лучей, который однако выполняется весьма приблизительно. Эта формула (мы здесь опускаем ее вывод) имеет вид:

$$\frac{J}{J_0} = s = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} \quad (2)$$

Здесь μ — массовый коэффициент поглощения данного бета-излучения (в $\text{см}^2/\text{мг}$), а l — толщина препарата (в $\text{мг}/\text{см}^2$). Формулу (2) можно переписать в виде:

$$\frac{J}{J_0} = s = \frac{d_{1/2}}{0,693 l} \left(1 - 2^{-\frac{l}{d_{1/2}}} \right) \quad (2')$$

где $d_{1/2}$ — толщина половинного поглощения данного бета-излучения. Заметим, что будет более строго, если вместо l брать $l_{\text{эф}}$, которая определяется аналогично $z_{\text{эф}}$ (работа № 9). Соотношения (2) и (2'), выведенные в предположении справедливости экспоненциального закона поглощения, не учитывают также рассеяния бета-излучения в препарате и поэтому являются лишь грубым приближением. Пользование этими формулами оправдано только для препаратов указанной толщины ($d_{1/2} < l < R_M$).

Наконец, для бесконечно толстых образцов, толщина которых превосходит толщину максимального пробега бета-частиц, $l > R_M$, наступает «насыщение» (участок БВ на кривой рис. 39), т. е. скорость счета не зависит от толщины препарата, $J = J_\infty$. В этом случае трудно точно определить поправку на самоослабление в отдельно взятом образце. Однако при относительных определениях активности, если сравниваются два источника, имеющие «бесконечную» толщину, поправка находится сравнительно легко.

Пусть a_1 и a_2 — истинные активности первого и второго образцов, J_1 и J_2 — измеренные скорости счета после введения поправок на мертвое время и фон счетчика, l_1 и l_2 — толщины в $\text{мг}/\text{см}^2$ сравниваемых образцов. Тогда, поскольку активность образца пропорциональна его толщине, отношение активностей «бесконечно толстых» образцов выражается следующим образом:

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{J_1}{J_2} \cdot \frac{l_1}{l_2} \quad (3)$$

Следовательно, если оба препарата имеют одинаковую толщину, то их активности относятся как соответствующие скорости счета и, наоборот, при одинаковых скоростях счета активности препаратов относятся как их толщины.

Метод бесконечно толстых образцов чрезвычайно прост и поэтому часто применяется при сравнительных измерениях активности проб в исследованиях с применением меченых атомов. Однако для абсолютных измерений такой метод не годится.

Итак, в зависимости от толщины препаратов пользуются тем или иным способом введения поправки на самоослабление.

Обычно рекомендуется вести работу либо с очень тонкими образцами ($l < 0,2d_{1/2}$), для которых можно пренебречь эффектами самоослабления, либо с образцами, толщина которых является «бесконечно большой» ($l > R_M$).

Если по условиям опыта образцы имеют среднюю толщину ($d_{1/2} < l < R_M$), то поправка определяется по формуле (2) или путем предварительного эксперимента и построения графика самоослабления.

Поправка на самоослабление особенно существенна для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение. Так, для C^{14} ($d_{1/2} = 2,7$ мг/см²) при $l = 0,2d_{1/2} \approx 0,5$ мг/см² отношение $\frac{J_0}{J}$ составляет $\sim 1,06$ (по данным конкретного опыта), а при $l = 4$ мг/см² $\frac{J_0}{J} = 1,58$. Если же по условию опыта требуется, чтобы самоослабление не превосходило 1% от скорости счета, то в случае C^{14} толщина препарата не должна превышать 25 мкг/см² ($l \sim 0,01 d_{1/2}$), т. е. образцы должны быть практически «невесомыми».

Для жесткого бета-излучения, например P^{32} , поправку на самопоглощение можно не принимать во внимание вплоть до толщин препаратов порядка 10—20 мг/см², допуская при этом ошибку в 4—6%. При $l = 1$ мг/см² поправка составляет менее 1% от скорости счета. Приготовление таких препаратов на практике не представляет труда.

Отсюда ясно, что для жесткого бета-излучения удобнее пользоваться методом «очень тонких образцов», в то время как метод «бесконечно толстых образцов» находит применение для изотопов, обладающих бета-излучением малой энергии.

И, наконец, поправку на самоослабление вообще не нужно вводить в случае одинаковой толщины (в мг/см^2) всех измеряемых образцов, если речь идет о сравнении их активностей (относительные измерения). Это, однако, относится только к препаратам, содержащим один и тот же радиоизотоп и измеряемым в тождественных условиях. Форма кривой самоослабления зависит от конкретных условий измерения — взаимного расположения препарата и счетчика, материала подложки и т. д., и нарушение стандартизации условий в течение измерений всей серии образцов влечет за собой различие в величине самоослабления.

Особо важным является учет поправки на самоослабление при сравнительных измерениях активности образцов, содержащих различные радиоизотопы, например Sr^{90} и Ca^{45} , P^{32} и S^{35} и т. п. Игнорирование эффекта самоослабления в этих случаях приводит к ошибочным результатам.

Рассмотрим несколько конкретных примеров.

Пример 1. Пусть исследуемый образец (почва), содержащий P^{32} , в виде сухой навески массой $m=2$ г помещен на круглую алюминиевую чашечку диаметром 2 см. Скорость счета образца составляет $J=1000$ *имп/мин*. Вычислить поправку на самоослабление и определить истинную скорость счета J_0 (для P^{32} принять $\mu=0,006$ $\text{см}^2/\text{мг}$).

Решение. Определяем толщину образца по формуле $l = \frac{m}{S}$, где S — площадь образца. Так как $S=\pi r^2=3,14$ см^2 , то $l = \frac{2000 \text{ мг}}{3,14 \text{ см}^2} = 636$ мг/см^2 . Следовательно, имеем случай $l \ll R_M$ и образец является «средним». Если отсутствует экспериментальный график самоослабления, то коэффициент s определяем по формуле (2):

$$s = \frac{J}{J_0} = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} = \frac{1 - e^{-3,82}}{3,82} = \frac{1 - 0,022}{3,82} = \frac{0,978}{3,82} \approx 0,256$$

Учитываем поправку на самоослабление и находим истинную скорость счета

$$J_0 = \frac{J}{s} = \frac{1000}{0,256} \approx 3906 \text{ имп/мин.}$$

Пример 2. Пусть сравниваются активности двух препаратов, один из которых содержит изотоп S^{35} , а другой — P^{32} .

Оба препарата представляют собой осадки по 0,1 г, равномерно распределенные по площади 5 см². Найти истинное отношение активностей данных проб, если скорости счета составляют: $J_{S^{35}} = 200$ имп/мин, $J_{P^{32}} = 500$ имп/мин.

Принять для S^{35} : $d_{1/2} = 3$ мг/см²; $R_M = 21$ мг/см²; $\mu = 0,230$ см²/мг;

для P^{32} : $d_{1/2} = 115$ мг/см²; $R_M = 780$ мг/см²; $\mu = 0,006$ см²/мг.

Решение. Для обоих препаратов $l = \frac{100}{5} = 20$ мг/см². В случае S^{35} ($3 < l < 21$ мг/см²) препарат является средним, и истинная скорость счета находится по формуле:

$$J_0 = \frac{J}{s} = 200 \frac{\mu l}{1 - e^{-\mu l}} = 200 \frac{4,60}{1 - e^{-4,60}} = 200 \cdot \frac{4,60}{1 - 0,01} = 200 \frac{4,6}{0,99} \approx 200 \cdot 4,65 = 930 \text{ имп/мин.}$$

Для бета-излучения P^{32} препарат является очень тонким ($l < 0,2d_{1/2}$) и поправку можно не учитывать (с погрешностью ~6%). Таким образом, истинное отношение активностей (скоростей счета) составляет:

$$\frac{J_0 S^{35}}{J_0 P^{32}} = \frac{930}{500} = 1,86.$$

в то время как отношение скоростей счета без учета самоослабления было равно 0,4, что могло, например, привести к ошибочному выводу о степени поступления фосфора и серы в исследуемые объекты.

Пример 3. Имеются два образца, содержащие Ca^{45} ($d_{1/2} = 5,5$ мг/см²; $\mu = 0,13$ см²/мг; $R_M = 57$ мг/см²).

Образцы представляют собой срезы из костной ткани площадью 2,5 см² и массой $m_1 = 300$ мг и $m_2 = 1200$ мг. Определить относительное содержание Ca^{45} в пробах, если: а) $J_1 = J_2$; б) $J_1 = 6000$ имп/мин, $J_2 = 500$ имп/мин.

Решение. Оба образца — бесконечно толстые, так как $l_1 = \frac{300}{2,5} = 120$ мг/см² и $l_2 = \frac{1200}{2,5} = 480$ мг/см² и, следовательно, выполняется условие $l > R_M$. В этом случае можно произвести сравнение активностей образцов, пользуясь соотношением (3).

Для условия а):

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{J_1}{J_2} \cdot \frac{l_1}{l_2} = 1 \cdot \frac{120}{480} = \frac{1}{4};$$

Для условия б):

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{6000}{500} \cdot \frac{120}{480} = 3.$$

Рассмотренный выше способ экспериментального определения поправки на самоослабление, как отмечалось, является весьма приближенным. Если требуется более точно определить поправку, пользуются следующим приемом.

Приготавливают серию препаратов одинаковой общей активности, но различной толщины. Таким образом, удельная активность препаратов в этом случае является величиной переменной. Это достигается, например, путем осаждения из растворов с одинаковым количеством радиоактивного изотопа, но различным количеством носителя. Результаты измерения этих источников после внесения соответствующих поправок на мертвое время и фон изображают в виде графика зависимости скорости счета от толщины препарата. Истинная скорость счета J_0 (без самоослабления) определяется экстраполяцией кривой к нулевой толщине препарата. На основе полученных данных строится новый график — зависимость коэффициента ослабления $\frac{J}{J_0}$ от толщины препаратов.

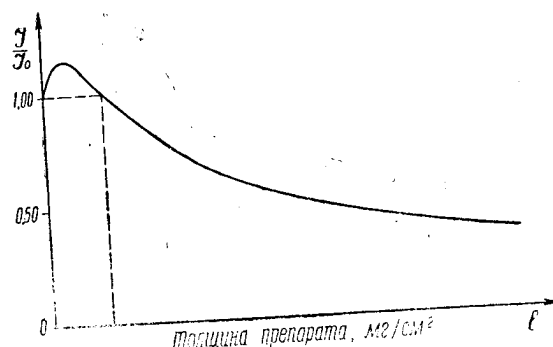


Рис. 40. Зависимость коэффициента самоослабления от толщины препарата (препараты имеют одинаковую общую активность, но разное количество носителя).

По такому графику (см. рис. 40) непосредственно определяется поправка на самоослабление и более точно, чем в первом методе. Преимущество указанного метода особенно проявляется для тонких препаратов ($0 < l < d_{1/2}$), так как полученная кривая в этой области (обычно при $l \sim 3-10\% R_m$) имеет отчетливо выраженный максимум, обусловленный рассеянием бета-частиц в препарате. Этот эффект был замаскирован в ранее рассмотренном методе, что создавало неопределенность при определении поправки в данном интервале толщин. Метод соосаждения изотопа с носителем дает точные результаты при наличии исходного изотопа достаточной удельной активности, что позволяет приготовить первый препарат бесконечно тонким и правильно провести экстраполяцию к нулю.

Предлагаемое упражнение 1 предусматривает лишь качественное ознакомление с эффектом самоослабления бета-излучения в слоях радиоактивного образца.

Обратное рассеяние бета-излучения от подложки образца

Радиоактивные препараты, подлежащие измерениям, изготавливаются обычно либо в виде тонких слоев (осадков), нанесенных на фильтровальную бумагу, алюминиевую или стек-

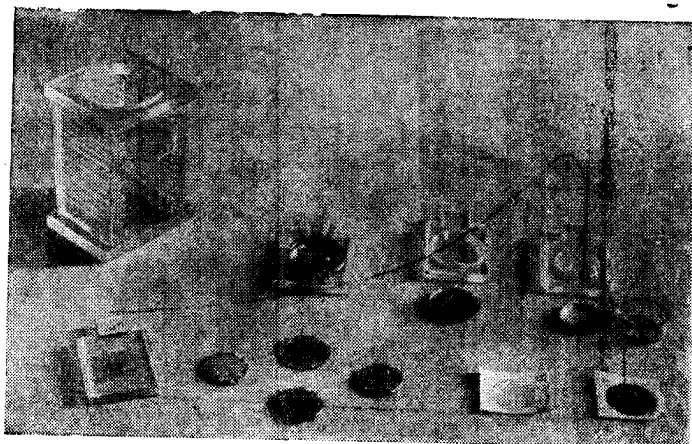


Рис. 41. Некоторые типы радиоактивных образцов (внешний вид) и подставок к ним. Слева сверху — столик-этажерка для образцов.

лянную чашечки, либо, например, в виде навесок измельченного растительного вещества, почвы и т. п., которые помещаются в чашечки разных типов, целофановые пакеты, кассеты из плексигласа и других материалов. Некоторые типы препаратов и подставки к ним изображены на рис. 41. В левом верхнем углу рисунка показан столик-этажерка для образцов, который используется во всех работах настоящего практикума.

Различие в толщине радиоактивных препаратов, как мы выяснили, сказывается на эффекте самоослабления.

Оказывается, что число бета-частиц, регистрируемых счетчиком, также зависит и от подложки, на которую нанесен препарат. Действительно, в результате процессов рассеяния, некоторая доля бета-частиц, испускаемых в направлении подложки, может отклоняться более, чем на 90° от своего

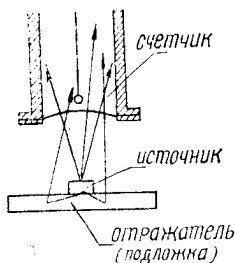


Рис. 42а. Схема обратного рассеяния бета-излучения от подложки.

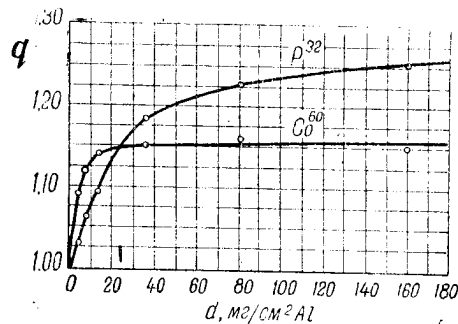


Рис. 42б. Зависимость обратного рассеяния от толщины алюминиевой подложки, $d = f(d)$.

первоначального пути, т. е. по существу отражаться обратно атомами подложки. Это приводит к нарушению изотропного распределения бета-излучения по углам. В результате обратного рассеяния увеличивается число бета-частиц, вылетающих в сторону счетчика, а вместе с тем увеличивается и скорость счета импульсов (см. рис. 42а).

Эффект обратного рассеяния бета-излучения от подложки препарата исследовался рядом авторов. Результаты дают зависимость коэффициента обратного рассеяния от толщины d и атомного номера Z подложки, максимальной энергии бета-спектра E и т. д., причем под коэффициентом обратного рассеяния q понимается отношение скорости счета

от препарата с подложкой J_q к скорости счета без подложки J_0 .

$$q = \frac{J_q}{J_0} = \frac{J_0 + \Delta J_0}{J_0} \quad (4)$$

где ΔJ_0 — приращение скорости счета в результате обратного рассеяния бета-частиц; очевидно, что $q \geq 1$.

Рассмотрим, как зависит коэффициент обратного рассеяния q от d , Z и E . Эта зависимость изображена на рис. 42 б, в, г.

Кривые $q=f(d \text{ мг/см}^2)$ при постоянных значениях Z и E_m (рис. 42 б) показывают, что интенсивность обратно отраженного излучения увеличивается с толщиной подложки и достигает насыщения при толщинах, равных приблизительно $0,2 R_m$ — максимального пробега бета-частиц в подложке. На рисунке это иллюстрируется кривыми для бета-излучения P^{32}

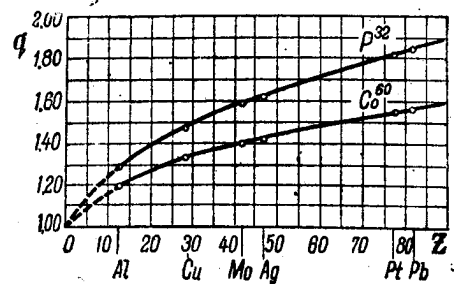


Рис. 42в. Зависимость обратного рассеяния от атомного номера вещества подложки, $q=f(Z)$.

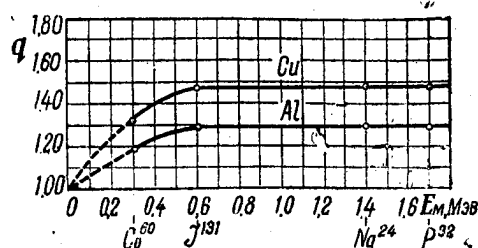


Рис. 42г. Зависимость обратного рассеяния от максимальной энергии β -спектра, $q=f(E_m)$.

и Co^{60} , полученными при измерении обратного отражения от алюминиевой подложки.

При толщине подложек, равной слою насыщения, обратное рассеяние возрастает с увеличением атомного номера Z вещества подложки. Помещая под образец, нанесенным на тонкую органическую пленку, подложки из алюминия, меди, серебра, платины, свинца и т. д., мы замечаем монотонное увеличение скорости счета. Для подложек из тяжелого материала коэффициент обратного рассеяния q может принимать значения до 2,0 и даже более в случае бета-излучения большой жесткости. Рис. 42 иллюстрирует зависимость $q=f(Z)$ при $d \geq d_{\text{нас}}$ для случаев P^{32} и Co^{60} .

Если подложкой служит не элементарное вещество, то принимается во внимание средний эффективный атомный номер подложки. Установлено, что вероятность акта обратного отражения пропорциональна \sqrt{Z} . Поэтому для вычисления среднего эффективного атомного номера подложки по отношению к обратному рассеянию бета-частиц следует применять формулу:

$$Z_{\text{cp}} = \left(\frac{\sum n_i \sqrt{Z_i}}{\sum n_i} \right)^2, \quad (5)$$

где n_i — число атомов элемента с порядковым номером Z_i в молекуле вещества подложки.

При исследовании зависимости q от максимальной энергии бета-спектра наблюдается возрастание q с ростом энергии приблизительно до $E_m = 0,6 \text{ мэв}$, после чего q остается практически постоянным (рис. 42 г). Такой вид зависимости $q=f(E_m)$ объясняется поглощением обратно-рассеянного излучения по пути в счетчик, которое преобладает для бета-частиц малых энергий.

Эффект обратного рассеяния необходимо учитывать, когда по условиям опыта приходится измерять образцы, нанесенные на разные (по толщине или по атомному номеру) подложки, а в случае одинаковых подложек — если сравниваются активности образцов, содержащих различные изотопы.

Заметим, что коэффициент обратного рассеяния уменьшается, если возрастает толщина препарата l , так как отраженное от подложки излучение поглощается в слое самого образца. При $l \geq 0,2 R_m$ отражение от подложки перестает ска-

зываются и для достаточно толстых препаратов может не учитываться.

Увеличение скорости счета из-за обратного рассеяния зависит также и от конкретных условий измерения, в частности от телесного угла окошка счетчика Ω (так как отраженное излучение неизотропно), от толщины окошка (стенки) счетчика и слоя воздуха между препаратом и счетчиком и т. д.

Таким образом, мы видим, что факторы обратного рассеяния от подложки, самоослабления в образце, а также поглощения бета-излучения на пути от препарата к счетчику тесно связаны между собой, влияют друг на друга и, в свою очередь, зависят от геометрических условий опыта. Указанные эффекты, вообще говоря, нельзя рассматривать изолированно друг от друга. Поэтому нарушение хотя бы одного из стандартных условий измерения серии радиоактивных образцов (замена счетчика, изменение расстояния препарат-счетчик, наличие различных по толщине препаратов, использование неодинаковых подложек и т. п.) требует введения всех необходимых поправок.

Взаимосвязь большинства факторов, влияющих на скорость счета, является также причиной, в силу которой обычно не рекомендуется при определении той или иной поправки пользоваться литературными данными. Наиболее достоверными следует считать те результаты, которые учитывают поправки, найденные экспериментально в данных конкретных условиях основного опыта.

Для экспериментального определения коэффициента обратного рассеяния q изготавливается образец в виде тонкого слоя, нанесенного на органическую пленку или другую очень тонкую подложку из вещества с малым атомным номером; иногда для этой цели пользуются тонкими (≈ 1 мг/см²) пластинками слюды или папиросной бумаги. Активность образца измеряется в стандартных (для основного опыта) условиях измерения. Сначала измеряется скорость счета без подложки, а затем—скорость счета с подложкой, распложенной вплотную под источником. Отношение второй величины к первой дает коэффициент отражения q .

Следует иметь в виду, что если расстояние от тонкого препарата на пленке до дна домика меньше 30—40 мм, то при определении поправки на обратное рассеяние может быть допущена существенная ошибка, обусловленная отражением бета-частиц от дна домика или подставки.

Для изотопов с мягким бета-излучением (S^{85} , C^{14}) определение поправки на обратное рассеяние требует особо тонкой методики и высокой статистической точности.

Явление обратного рассеяния бета-излучения широко используется на практике, например при определении толщины различного рода покрытий в металлургической, лакокрасочной промышленности и др. отраслях народного хозяйства.

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Столик-подставка для препаратов и отражателей.
4. Набор листов фильтровальной бумаги, пропитанной радиоактивным раствором (W^{185} или Ca^{45}).
5. Плексигласовая кассета с зажимным кольцом для крепления образцов из фильтровальной бумаги.
6. Препараты S^{35} , Ca^{45} , W^{185} , Ti^{204} , P^{32} на тонкой слюдяной подложке. Эталон U^{238} .
7. Набор алюминиевых отражателей (по 26 мг/см²).
8. Толстые подложки из алюминия, железа, меди, свинца, плексигласа.
9. Миллиметровая бумага, лекало, линейка.

Упражнение 1

Снятие кривой самоослабления бета-излучения при постоянной удельной активности препарата

После измерения эталона определяют фон с той кассетой, в которую будут помещаться образцы. Затем берут набор листиков фильтровальной бумаги, просушенных после нанесения стандартного объема радиоактивного раствора вольфрама—185 (или кальция—45). Толщина листка l в мг/см² определяется как отношение его массы к площади. Первый слой (листок) активной бумаги зажимают в кассете при помощи кольца и выбирают позицию с таким расчетом, чтобы скорость счета составляла около 1000 *имп/мин*.

Требуется произвести измерения скорости счета от одного, двух, трех и т. д. слоев активной бумаги. Продолжительность измерений определяется условием, чтобы ошибка при регистрации скорости счета препарата вместе с фоном составляла не более 2%. Измерения заканчивают после того, как будут получены два—три повторяющихся результата, что свидетельствует о достижении слоя «бесконечной толщины». Результаты измерений представляют в виде таблицы 1.

Таблица 1

Самоослабление бета-излучения в образцах разной толщины
при постоянной удельной активности

Установка Б-2 № Счетчик Т-25-БФЛ к-64
Позиция № $N_{\Phi} =$ *имп/мин.* Изотоп

Число радиоактивных слоев	Суммарная толщина пре- парата l мг/см ²	Время измерения t мин.	Общее число импульсов n имп.	Скорость счета N имп/мин	С учетом поправки на мертвое время $N_{испр}$ имп/мин	С учетом фона $J = N_{испр} - N_{ф}$ имп/мин
1						
2						

По данным таблицы 1 строят график зависимости скорости счета J от суммарной толщины препарата l .

Пользуясь полученным графиком, определить коэффициент самоослабления s для толщины $l=0,25 R_m$. Ту же величину рассчитать при помощи формулы (2) или (2') и сравнить с полученным ранее результатом.

При этом удобно пользоваться таблицей 2, дающей значения коэффициента s в зависимости от отношения $\frac{l}{d_1}$.

Таблица 2

Фактор самоослабления s бета-лучей в образце

где J_0 — ток электронов, $d_{1/2}$ — толщина слоя образца в мг/см² и $d_{1/2\beta}$ — толщина половинного ослабления β -частиц в мг/см² для данного изотопа. Пользование данными таблицы оправдано при выполнении условия $d_{1/2} \leq l \leq R_M$.

$l/d_{1/2}$	s	$l/d_{1/2}$	s
0,5	0,845	5,5	0,257
1,0	0,721	6,0	0,237
1,5	0,621	6,5	0,220
2,0	0,540	7,0	0,205
2,5	0,476	7,5	0,192
3,0	0,421	8,0	0,180
3,5	0,376	8,5	0,169
4,0	0,339	9,0	0,159
4,5	0,307	9,5	0,151
5,0	0,281	10,0	0,143

Упражнение 2

Изучение обратного рассеяния бета-излучения
от подложки образца

1. Определить фон с точностью порядка 5%. Измерить с 6-й позиции скорость счета препарата P^{32} сначала без подложки, а затем с подложками различной толщины, складывая последовательно один, два, три и т. д. листочка алюминиевой фольги толщиной 26 мг/см². Подложки помещаются на одну позицию ниже кассеты с препаратом так, что между препаратом и подложкой остается небольшой зазор ($\sim 0,5$ мм). Продолжительность измерений — 3 минуты. Наблюдения продолжать до тех пор пока не наступит насыщение обратного рассеяния. Результаты измерений занести в таблицу 3 и построить график зависимости коэффициента обратного отражения q от толщины алюминиевой подложки d (мг/см²). Определить толщину слоя насыщения $d_{\text{нас}}$ и выразить ее в долях максимального пробега R_M .

Таблица 3

Зависимость коэффициента обратного рассеяния от толщины подложки

 $q = f(d)$ Препарат P^{32} Позиция № 6. $Z_{Al} = 13$; $E_M = 1,7$ мэв.; $N_\Phi =$ имп/мин

№№ п/п	Толщина подложки d_{Al} мг/см ²	Время изме- рения t мин	α (в)	n имп	N имп/мин	$N_{\text{испр}}$ имп/мин	$J = N_{\text{испр}} - N_\Phi$ имп/мин	$q = \frac{J}{J_0}$
1	0	3						1,00
2	26	3						
3	52	3						
.....								
.....								

 $d_{\text{нас}} =$ мг/см² = (в долях R_M). $q_{\text{нас}}$ (при $d = d_{\text{нас}}$) =

2. В тех же условиях измерить скорость счета бета-излучения P^{32} с подложками из различных материалов: Al, Fe, Cu, Pb. Измерить скорость счета с толстой плексигласовой подложкой. Толщина всех подложек должна быть больше слоя насыщения ($d > d_{\text{нас}}$). Данные свести в таблицу (см. таблицу 4). Определить коэффициент q , приняв за J_0 скорость счета без подложки.

Построить кривую зависимости коэффициента обратного рассеяния от материала подложки, откладывая по оси абсцисс атомный номер вещества подложки Z . По графику определить средний эффективный атомный номер $Z_{\text{ср}}$ плексигласа.

Таблица 4
Зависимость коэффициента обратного рассеяния от материала подложки

$q = f(Z)$; препарат P^{32} ; позиция № 6.

$d > d_{\text{нас}}$; $E_m = 1,7$ мэв.; $N_{\phi} = \dots \dots \dots$ имп/мин

№ п/п	Материал подложки	Атомный номер Z	t мин.	a (b)	p имп.	N имп./мин.	$N_{\text{испр}}$ имп./мин.	$J = \frac{N_{\text{испр}}}{N_{\phi}}$	$q = \frac{J}{J_0}$
1	Без подложки	—	3						1,00
2	Al	13	3						
3	Fe	26	3						
4	Cu	29	3						
5	Pb	82	3						
6	Плексиглас	?	3						

3. Измерить скорость счета препаратов S^{35} , Ca^{45} , W^{185} , Tl^{204} , P^{32} без подложек и с подложками из толстого алюминия ($d > d_{\text{нас}}$).

Результаты измерений представить в виде таблицы (см. таблицу 5). Построить график зависимости коэффициента обратного рассеяния от максимальной энергии бета-спектра.

Указание: коэффициент обратного рассеяния q находится как отношение скорости счета с подложкой к соответствующей скорости счета без подложки для каждого изотопа.

Таблица 5

Зависимость коэффициента обратного рассеяния от максимальной энергии бета-излучения

$$q = f(E_M); \quad d > d_{\text{нас}}; \quad Z = 13 (\text{Al}).$$

Позиция № 6. $N_{\Phi} = \dots \dots \dots$ имп/мин.

$N_0 N_{\Phi}$ п/п	Изотоп	Максимальная энергия β -спектра, E_M , мэв	Наличие подложки	t мин.	a (b)	n имп	N имп/мин	N _{испр} имп/мин	J = N _{испр} — N _ф имп/мин	q
1	S ³⁵	0,169	Без подложки							
			С подложкой							
2	Ca ⁴⁵	0,256	Без подложки							
			С подложкой							
3	W ¹⁸⁵	0,430	Без подложки							
			С подложкой							
4	Ti ²⁰⁴	0,765	Без подложки							
			С подложкой							
5	P ³²	1,71	Без подложки							
			С подложкой							

ЛИТЕРАТУРА

1. Бочкарев В., Кеirim-Маркус И., Львова М. и др.— «Измерение активности источников бета- и гамма-излучений», изд-во АН СССР, Москва, 1953.

2. Кеirim-Маркус И., Львова М. «Метод абсолютных измерений активности источников бета-излучения с помощью торцовых счетчиков», Сборник «Исследования в области дозиметрии ионизирующих излучений», Изд-во АН СССР, Москва, 1957.

3. Целищев С. П.— «Некоторые вопросы методики применения радиоактивных индикаторов в агробиологии», Известия ТСХА, 2, 1954 г.

РАБОТА № 12

ИЗМЕРЕНИЯ МАЛЫХ АКТИВНОСТЕЙ ПРИ ПОМОЩИ ГАЗОПРОТОЧНОГО СЧЕТЧИКА ТИПА СОТ-30-БФЛ

Минимальные уровни активности, измеряемые торцовым счетчиком. В практике исследований с применением метода меченых атомов нередко приходится иметь дело с образцами, содержащими небольшое количество радиоизотопа. При измерении активности этих образцов на счетной установке с торцовым (или цилиндрическим) счетчиком часто получают результаты, сравнимые с уровнем натурального фона счетчика или превосходящие фон лишь в несколько раз.

Например, если фон счетчика составляет 30 *имп/мин*, а скорость счета препарата вместе с фоном $N=50$ *имп/мин*, то такой препарат является малоактивным и для точного измерения его активности требуется длительное время. Пользуясь

формулой $t = \frac{N + \sqrt{NN_{\phi}}}{N_{\text{пр}}^2 \delta_{\text{пр}}^2}$ (см. работу № 7), найдем, что время, необходимое для измерения активности этого препарата с точностью 5% ($\delta_{\text{пр}}=0,05$), составляет 89 минут.

Не говоря уже о том, что трудно позволить себе такой нерациональный расход времени, следует также иметь в виду возможные вариации уровня фона за столь продолжительное время. Поэтому практически невозможно получить достаточно точные результаты при работе с подобными слабоактивными препаратами, если не принять специальных мер для повышения эффективности регистрации испускаемого ими излучения.

Забегая вперед (см. работу № 13), примем ориентировочно, что эффективность счета бета-частиц P^{32} (жесткое излучение) для торцового счетчика Т-25-БФЛ и некоторого стандартного положения препарата (4-я позиция столика) составляет $\phi=0,1$. Это значит, что если содержащий P^{32} препарат имеет активность $A = 1$ *мккюри*, т. е. излучает в про-

странство $N_0 = 2,22 \cdot 10^6$ частиц в минуту, то измеряемая скорость счета составляет при этом $N = \Phi N_0 = 2,22 \cdot 10^5$ *имп/мин.*

Если за нижний предел скорости счета, которую можно достоверно определить при измерении активности препаратов методом торцового счетчика, принять величину $N_{\min} = 3N_{\Phi}$, то нетрудно оценить минимальный уровень активности препарата, характеризующий чувствительность этого метода. Для случая, когда $N_{\Phi} = 30$ *имп/мин.*, имеем $N_{\min} = 90$ *имп/мин.*, а после вычитания фона получим $N_{\text{пр. min}} = 60$ *имп/мин.* Поделив теперь последнюю величину на $2,22 \cdot 10^5$, найдем минимальную активность образца, которую можно определить торцовым счетчиком в этих условиях:

$$A_{\min} \approx 2,7 \cdot 10^{-4} \text{ мккюри} = 2,7 \cdot 10^{-10} \text{ кюри.}$$

Располагая препараты ближе к счетчику и пользуясь счетчиками с большим диаметром входного окна, можно увеличить эффективность счета и тем самым повысить чувствительность метода. С другой стороны, для изотопов, характеризующихся малой энергией бета-частиц (C^{14} , S^{35} и др.), значение A_{\min} существенно возрастает (ввиду малой эффективности счета), что ограничивает возможности метода торцового счетчика.

Обычно считают, что при помощи торцовых счетчиков с тонким окном можно измерять минимальные уровни активности порядка $2 \cdot 10^{-10}$ — 10^{-9} *кюри* в зависимости от энергии бета-излучения. Однако в ряде случаев требуется измерять более низкие уровни активности и это осуществляется при помощи счетчиков специальной конструкции.

Газопроточный счетчик СОТ-30-БФЛ. Этот счетчик сконструирован в Биофизической лаборатории ТСХА и предназначен для измерения малых активностей в препаратах, испускающих мягкое бета- (или альфа-) излучение. Счетчик СОТ-30-БФЛ позволяет измерять уровни активности исследуемых проб порядка 10^{-10} *кюри*. При энергии бета-излучения более 150 *кэв* счетчик допускает измерение активности $2 \cdot 10^{-11}$ *кюри* (0,74 распада в секунду).

Такая высокая чувствительность объясняется следующими особенностями конструкции счетчика: а) входное окно счетчика СОТ-30-БФЛ «открыто» для ядерных частиц, т. е. не имеет преграды, поглощающей излучения радиоактивных атомов; б) геометрический фактор ($\eta \approx 0,4$ — $0,45$) достаточно велик, так как препарат помещается непосредственно у «входа» в

счетчик — такие конструкции иногда называют « 2π -счетчиками», имея в виду регистрацию частиц в пределах половины полного телесного угла $\Omega=4\pi$, хотя этот телесный угол, как правило, менее 2π ; в) наличие счетчика с малой длиной нити (10—12 мм) и массивная свинцовая защита обеспечивают низкий уровень фона (≈ 12 —15 *имп/мин*). Эти особенности счетчика СОТ-30-БФЛ позволяют регистрировать не только жесткое, но и мягкое бета-излучение (а также альфа-излучение) с высокой эффективностью счета ф.

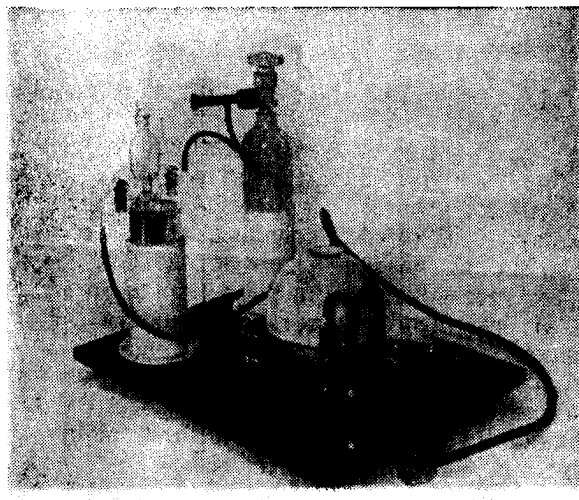


Рис. 43. Внешний вид счетчика СОТ-30-БФЛ. Выпускается экспериментально-механической мастерской ТСХА.

Внешний вид счетчика СОТ-30-БФЛ представлен на рис. 43. На эбонитовой доске размещаются: 1) торцовый счетчик специальной конструкции, имеющий открытое окно и работающий в режиме непрерывного тока газовой смеси — газопоточный счетчик; 2) баллон с гелием, имеющий редуктор для плавной подачи газа в смеситель; 3) сосуд Дюара, в котором находится смеситель — стеклянная пробирка особой конструкции, наполняемая смесью этилового спирта и диэтилового эфира в определенном соотношении. Баллон, смеситель и собственно счетчик соединены последовательно резиновыми трубками. Посредством высоковольтного

кабеля счетчик соединяется с пересчетным прибором (установкой Б или Б-2).

Основной блок установки СОТ-30-БФЛ — **газопроточный счетчик** изображен на переднем плане рис. 43. Он состоит из трех дисков: верхний и нижний неподвижные диски—стальные, средний вращающийся диск—из плексигласа.

В верхнем диске укреплен на резьбе в сквозном отверстии торцовый счетчик с открытым окном—стальной никелированный цилиндр с внутренним диаметром 30 мм и высотой 20 мм. Сверху в цилиндр ввернута пластмассовая втулка, в которой при помощи гайки крепится высоковольтный провод. Анодом счетчика служит вольфрамовая нить длиной 10—12 мм, укрепленная в медной трубочке, зажатой в высоковольтном контакте. Как всегда, нить внизу оканчивается стеклянной бусинкой. На втулку навинчивается предохранительная плексигласовая крышка.

Газ поступает в счетчик непрерывно из смесителя по резиновой трубке через входной штуцер и выходит по канавке, выточенной в нижней стенке верхнего диска, через другой штуцер в выхлопную пробирку (видна на переднем плане).

В центре диска имеется отверстие, в котором проходит фигурный болт, скрепляющий все три диска прибора. Диск имеет секторный вырез для установки чашечки с измеряемым образцом в лунку среднего диска. На верхнем диске также укреплен штеккер для подключения высоковольтного кабеля; штеккер соединен изолированным проводом с анодом счетчика. Корпус счетчика заземляется вместе с экраном кабеля. Торцовый счетчик закрыт свинцовой защитой в виде разборного полушара, образующего «домик» с толщиной стенок 5 см.

Средний вращающийся диск представляет собой столик для образцов и имеет 6 круглых выточек—лунок глубиной 8 мм и диаметром 30 мм каждая. В лунки поочередно помещаются чашечки с радиоактивными образцами. Средний диск вращается вокруг оси фигурного болта и подводит образцы непосредственно под счетчик для измерения их активности. Когда прибор собран, одна лунка находится в центре секторного выреза, другая—под окном счетчика, а остальные четыре—между ними. Сбоку плексигласовый диск имеет 6 ручек для поворота и металлический фиксатор поворота на 60°. Поверхности верхнего и среднего дисков тщательно притерты. Для большей гарантии от утечки газа необходимо сма-

зывать поверхности дисков вакуумной смазкой или вазелином.

Нижний стальной диск является опорным и имеет три ножки для крепления к общей подставке. В центральное отверстие нижнего диска проходит фигурный болт и крепится снизу гайкой. Нижний и верхний диски жестко связаны между собой и образуют поверхности, по которым перемещается средний диск.

Смеситель представляет собой стеклянную пробирку, наполняемую смесью этилового спирта и диэтилового эфира в объемном соотношении 96% и 4% соответственно. Смесью абсолютного спирта (чистоты 99,6%) и абсолютного эфира в указанном соотношении заранее приготавливается в отдельном сосуде. В пробирку наливается примерно 20—30 см³ смеси.

Через отросток, на который надевается резиновая трубка, в пробирку поступает из баллона гелий. Гелий проходит по внутренней трубке смесителя и выходит пузырьками в наружный сосуд, содержащий смесь спирта и эфира. Проходя через смесь, гелий обогащается парами спирта и эфира, после чего уже готовая газовая смесь, содержащая основную и гасящую компоненты, поступает по резиновой трубке в проточный счетчик. В смесителе поддерживается постоянство уровня жидкости, которая автоматически пополняется по центральной трубке из верхнего закрытого резервуара.

Чтобы обеспечить постоянство давления гасящей компоненты в счетчике, рекомендуется поддерживать неизменной температуру смеси, для чего смесительную пробирку помещают в сосуд Дюара, наполнив его предварительно кусочками льда. Однако проточный счетчик хорошо работает и при постоянной комнатной температуре смеси. В этом случае лишь возрастает начальный потенциал счета и смещается плато счетчика в сторону больших напряжений. Длина и наклон плато при этом не меняются.

Сосуд Дюара со смесителем помещается в цилиндрической подставке.

Баллон с гелием имеет емкость 0,7 литра и рассчитан на давление до 150 атм. Рекомендуется применять гелий высокой очистки (99,96%). Для плавной регулировки подачи газа в систему служит редуктор, который навинчивается на штуцер баллона. Сначала открывают верхний кран баллона, а затем осторожно вращают винт редуктора, пока в смесителе не появятся пузырьки газа (необходимо, конечно, открыть краны смесителя).

Предварительный продув проточного счетчика осуществляется при сравнительно большой скорости тока гелия до тех пор, пока счетная установка не начнет регистрировать импульсы, вызванные излучением радиоактивного образца. После этого уменьшают ток газа, добиваясь прохождения 5--10 пузырьков в секунду в смесительной и выхлопной пробирках. При непрерывной работе расход газа составляет около 1 литра в час.

Выхлопная пробирка, укрепленная на верхнем диске счетчика, служит для контроля тока газа через проточный счетчик. Она заполняется наполовину этиловым спиртом. Проходя пузырьками через жидкость, отработанный газ выходит в отверстия в верхней части пробирки. Отсутствие пузырьков газа свидетельствует об его утечке, которую необходимо устранить.

Укажем некоторые технические данные и условия эксплуатации счетчика ССТ-30-БФЛ:

1. Напряжение начала счета при $t_{\text{смеси}} = 20^\circ\text{C}$ 1700 в.
при $t_{\text{смеси}} = 0^\circ\text{C}$ 1400 в.
2. Наименьшая протяженность плато 200 в.
3. Наибольший наклон плато 1,5% на 100 в.
4. Наибольший фон в свинцовой защите 15 имп/мин.
5. Напряжение питания на нить счетчика подается от высоковольтного выпрямителя установки типа Б или Б-2 через блок БГС и высоковольтный кабель. Счетчик также может работать с любым пересчетным прибором, у которого возможно заземление отрицательного полюса высокого напряжения.
6. Положение плато счетной характеристики и, следовательно, рабочее напряжение может смещаться в сторону больших или меньших напряжений \sim на 300 вольт в зависимости от температуры жидкости в смесителе, количества ее и скорости тока газа. Перед работой необходимо снять счетную характеристику при постоянстве вышеуказанных факторов и выбрать оптимальное рабочее напряжение.
7. Амплитуда импульса, снимаемого с нити проточного счетчика, в области плато не ниже 0,4 в.
8. Мертвое время счетчика равно $3-4 \cdot 10^{-4}$ сек.
9. Состав смеси: абсолютный этиловый спирт (чистоты 99,6%) 96%;
абсолютный серный эфир 4%.
10. Расход гелия при непрерывной работе составляет около 1 л/час.

11. Счетчик позволяет измерять активность 6 образцов, помещаемых в лунки поворотного диска.

12. Поглощение альфа- и бета-излучения, идущего от образца в счетчик, очень мало. При измерениях бета-излучений малой энергии (радиоизотопов C^{14} , S^{35} и др.) счетчик регистрирует около 90% бета-частиц, испускаемых образцом в направлении окна счетчика.

13. Счетчик СОТ-30-БФЛ позволяет регистрировать часть бета-излучения трития (H^3 , $E_m = 0,018 \text{ мэв}$) в случае, если образец расположен на расстоянии не более 5 мм от окна счетчика.

14. Счетчик допускает измерение активности порядка 10^{-10} кюри со статистической точностью $\pm 4\%$ в течение 10 минут.

15. Образцы, содержащие активность $2 \cdot 10^{-11}$ кюри, могут быть измерены со статистической точностью $\pm 10\%$. Для изотопов, испускающих жесткое бета-излучение (например, P^{32}), точность измерения малых активностей значительно улучшается.

16. Срок службы счетчика СОТ-30-БФЛ неограничен. При наличии гелия в баллоне и смеси спирта и эфира в пробирке счетчик постоянно готов к работе.

Счетчики СОТ-30-БФЛ изготавливаются экспериментально-механическими мастерскими ТСХА [2].

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ с подставкой в свинцовом домике.
3. Газопроточный счетчик СОТ-30-БФЛ в полном комплекте («2л-счетчик»); лед.
4. Препараты S^{35} и P^{32} на алюминиевых чашечках; эталон U^{238} .
5. Тонкая алюминиевая подставка (26 мг/см^2).

Упражнение 7

Работа со счетчиком СОТ-30-БФЛ

Работа ведется по группам из 4—5 курсантов, которым выделяется один счетчик СОТ-30-БФЛ.

Во время знакомства с устройством прибора проверяют наличие жидкой смеси в смесителе и выхлопной пробирке, наполняют льдом сосуд Дюара, открывают краны смесителя и подсоединяют все резиновые коммуникации.

Закрыв предварительно кран редуктора, осторожно открывают (не полностью) кран гелиевого баллона, после чего

плавно вращают винт редуктора до тех пор пока в смесителе не появятся пузырьки газа (для наблюдения пузырьков нужно вынуть смеситель из дюара). Увеличивают ток газа через систему и наблюдают наличие пузырьков в выхлопной пробирке. Утечка газа может произойти в случаях, если плохо подогнаны трущиеся поверхности дисков, отсутствует смазка этих поверхностей, неплотно одеты резиновые трубки или слабо завинчена гайка, крепящая фигурный болт.

Необходимо в течение 3—5 минут проверить, не ослабевает ли ток газа через систему. Контроль производится по скорости появления пузырьков в смесительной и выхлопной пробирках. Затем проверяют ток газа через прибор при вращении поворотного диска. При каждом фиксированном положении диска должны наблюдаться пузырьки газа в обеих пробирках.

После проверки газового режима подсоединяют счетчик к блоку БГС установки Б-2, включают установку Б-2, включают тумблер «Пуск» и устанавливают напряжение $V=1400$ вольт.

Помещают алюминиевую чашечку с препаратом P^{32} в плексигласовую чашечку, которую устанавливают в лунку среднего диска, находящуюся в секторном вырезе. Вращая поворотный диск по часовой стрелке, сначала переводят препарат в 1 фиксированное положение (под выхлопным штуцером), затем—во 2 положение («наготове») и, наконец,—в 3 положение—под окно счетчика. В каждом промежуточном положении чашечка с препаратом должна продуваться газом в течение 1 минуты для удаления воздуха. Если установка не регистрирует импульсы счетчика, следует прибавить напряжение и определить начало счета, V_n . После этого убавляют ток газа до 5—10 пузырьков в секунду на выхлопной пробирке и продувают систему в течение 3—5 минут.

Затем приступают к снятию счетной характеристики счетчика СОР-30-БФЛ, используя шаг напряжения через 50 вольт и измеряя при каждом напряжении скорость счета в течение 1 минуты. При наличии удовлетворительного плато ($I \geq 200$ вольт; $\Delta \leq 1,5\%$ на 100 в) устанавливают рабочее напряжение на середине плато. Счетчик готов к работе.

Не изменяя скорости тока газа через систему, переходят к измерению активности препарата P^{32} . Измерения достаточно проводить в течение 2 минут. Затем поворотом диска в следующее фиксированное положение подводят под окно счетчика пустую чашечку и измеряют фон в течение 5 минут.

Аналогично производят измерение активности препарата S^{35} ($t=2$ минуты). Таким образом, каждый курсант в группе по очереди измеряет свои препараты P^{32} и S^{35} , а значение фона счетчика берется общим для всех измерений в данной группе.

По окончании работы со счетчиком СОТ-30-БФЛ выключают высокое напряжение, последовательно закрывают винт редуктора и кран гелиевого баллона, закрывают краны смесителя.

Упражнение 2

Сравнение эффективностей счета бета-излучения газопоточным счетчиком СОТ-30-БФЛ и торцовым счетчиком Т-25-БФЛ

Те же препараты P^{32} и S^{35} измеряются обычным торцовым счетчиком Т-25-БФЛ.

Установив рабочее напряжение и проведя измерения эталона и фона, определяют скорость счета бета-частиц P^{32} и S^{35} при положении алюминиевой чашечки на 4-й позиции (чашечка с препаратом устанавливается на тонкую алюминиевую подставку—26 мг/см²). Каждое измерение проводить в течение 5 мин. Данные, полученные в 1 и 2 упражнениях, сводятся в таблицу 1.

Напомним, что относительная ошибка определяется по формуле

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{D_{\text{пр}}}{N_{\text{пр}}} \cdot 100\% = \frac{\sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}}}{N_{\text{пр}}} \cdot 100\%$$

Сравнивая значения $N_{\text{пр}}$, полученные для газопоточного и торцового счетчиков, определяют отношение эффективностей счета для случаев жесткого (P^{32}) и мягкого (S^{35}) бета-излучений:

$$\text{для } P^{32}: \frac{N_{\text{пр, сог}}}{N_{\text{пр, т}}} = \dots$$

$$\text{для } S^{35}: \frac{N_{\text{пр, сог}}}{N_{\text{пр, т}}} = \dots$$

Результаты позволяют судить о достоинствах проточного счетчика с открытым окном в отношении регистрации бета-

Таблица

Счетчик СОТ-30-БФЛ; $d_{ст} \approx 0$;

Счетчик ТЭВ-БФЛ; $d_{ст} =$. . . мм/см²;

$V_p =$. . . вольт;

$V_p =$. . . вольт;

$k = 64$; $N_q =$. . .

мм/мин

мм/мин

Испарат	t, мин	а (b)	n мм	N мм/мин	$N_{np} = N - N_{\Phi}$	ммк/мин	$\frac{D_{np}}{D_{np}} \cdot 100\%$
р32	2						
	2						
S35	2						
	2						

Испарат	t, мин	а (b)	n мм	N мм/мин	$N_{np} = N - N_{\Phi}$	ммк/мин	$\frac{D_{np}}{D_{np}} \cdot 100\%$
р32	2						
	2						
S35	2						
	2						

излучения различной энергии. Для мягкого бета-излучения применение счетчика СОТ-30-БФЛ дает возможность повысить чувствительность метода на целый порядок величины.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Справочник по дозиметрическим, радиометрическим и электронно-физическим приборам, счетчикам, сцинтилляторам и фотоумножителям», стр. 178. Атомиздат, Москва, 1959.
 2. Счетчик «СОТ-30-БФЛ». Описание и инструкция (составлено С. П. Целищевым и А. О. Фурманом). Экспериментально-механическая мастерская ТСХА, Москва, 1957.
-

РАБОТА № 13

ИЗМЕРЕНИЯ АБСОЛЮТНОЙ АКТИВНОСТИ ИСТОЧНИКОВ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ

Относительные измерения со счетчиками

Ранее мы указывали (см. практикум по радиометрии, часть I, работа № 6), что измерения активности радиоактивных препаратов могут быть относительными и абсолютными.

В большинстве исследований с мечеными атомами необходимо, вообще говоря, знать точно только относительные активности изучаемых препаратов. Напомним, что относительные измерения заключаются в сравнении между собой активностей (скоростей счета) серии препаратов одного и того же изотопа или в сравнении активностей измеряемого препарата и стандартного препарата того же самого изотопа.

Необходимыми условиями для правильного проведения относительных измерений бета-активности исследуемых препаратов являются следующие:

- а) одинаковая форма и размеры препаратов (их площадь, толщина);
- б) одинаковое расположение препаратов относительно счетчика;
- в) равномерное распределение радиоактивного вещества по всему объему препаратов;
- г) высушивание препаратов до исчезновения признаков влаги или до постоянного веса;
- д) использование подложек из одного материала и равной толщины;
- е) выполнение всех измерений опыта на одной и той же экспериментальной установке, с одним и тем же счетчиком и одной и той же подставкой для препаратов;
- ж) систематический контроль воспроизводимости показаний прибора;

з) проведение измерений активности образцов по возможности с одинаковой статистической точностью.

При относительных измерениях рекомендуется помещать образцы по возможности дальше от счетчика, так как ошибки, обусловленные некоторым различием во взаимном расположении препаратов и счетчика резко возрастают по мере приближения препарата к счетчику. Для торцового счетчика Т-25-БФЛ расстояние между препаратом и окошком счетчика должно составлять не менее 2 см.

Для устранения ошибки, вызванной самоослаблением бета-излучения слоем препарата, стараются сравнивать либо очень тонкие препараты ($l < 0,2d_{1/2}$), либо бесконечно-толстые препараты ($l > R_m$), так как изготовление препаратов строго одинаковой толщины—весьма трудоемкая операция. В качестве подложек используют обычно слои вещества, соответствующие насыщению обратного рассеяния бета-излучения.

Перед измерениями полезно ориентировочно определить скорости счета препарата с фоном и фона и на основе полученных данных рассчитать время измерения, требуемое для достижения желаемой статистической точности результата.

Если эффективность счета ϕ изменяется в результате замены счетчика, защитного домика и других приспособлений, то следует результаты измерений, полученные в старых условиях, пересчитать по отношению к эталону, измеренному дополнительно в новых условиях. Эталон должен содержать тот же изотоп (или близкий по спектральному составу излучения), который используется в опыте. Систематические измерения скорости счета эталона (воспроизводимость) позволяют также установить факт ухудшения характеристики счетчика или неправильной работы установки.

Если имеется стандартный излучатель, содержащий тот же изотоп, что и исследуемые образцы, то при относительных измерениях можно не вносить поправок на распад радиоактивных образцов во времени. В этом случае упомянутый источник играет роль «свидетеля», так как он теряет активность в такой же степени, как и измеряемые препараты. Сравнивая между собой полученные в каждый момент времени для разных препаратов отношения $\frac{N_{\text{пр}}}{N_{\text{свидетеля}}}$, находят относительное держание радиоактивности в образцах.

Результаты относительных измерений активности выражаются в импульсах в минуту. Эта величина—скорость счета N ,

как нам известно, связана с полным числом частиц $N_{\text{ист}}$, испускаемых препаратом в единицу времени, соотношением:

$$N = \varphi N_{\text{ист}} \quad (1)$$

Изучение факторов, составляющих эффективность счета φ , представляет собой важнейшую задачу радиометрии. Напомним (см. работу № 6) эти факторы, влияющие на результаты измерения бета-активности счетчиком частиц.

$$\varphi = \varphi(K_1, K_2, K_3, K_4, K_5, K_6, K_7, K_8, K_9, K_{10}) \quad (2)$$

- K_1 — поправка на мертвое время,
- K_2 — поправка на фон,
- K_3 — поправка на изменение воспроизводимости показаний эталона,
- K_4 — поправка на эффективность счетчика,
- K_5 — поправка на геометрический фактор,
- K_6 — поправка на поглощение и рассеяние бета-излучения в воздухе и стенке счетчика,
- K_7 — поправка на самоослабление бета-излучения в образце,
- K_8 — поправка на обратное рассеяние от подложки образца,
- K_9 — поправка на схему распада изотопа,
- K_{10} — статистические и другие ошибки измерений.

Все эти факторы (за исключением K_9), а также способы введения поправок, были рассмотрены нами в соответствующих работах.

При относительных измерениях вводятся лишь поправки на мертвое время счетчика (или разрешающее время установки), фон и изменение воспроизводимости показаний при измерении эталона.

Измеренная скорость счета исправляется сначала на мертвое время, затем из результата вычитается фон и, наконец, в случае надобности производится умножение на коэффициент воспроизводимости.

Поправкой на мертвое время K_1 (см. работу № 5), обычно пренебрегают, если скорость счета меньше 2000—3000 *имп/мин*.

Поправку на фон можно не учитывать лишь в исключительных случаях, когда фон настолько мал, что $\frac{N_{\text{ф}}}{N} < 0,05\delta$ (см. работу № 7).

Наконец, при относительных измерениях обязательно вычисление статистической ошибки каждого результата.

Остальные факторы (K_4 , K_5 , K_6 , K_7 , K_8) можно не учитывать только при условии строгого постоянства их действия в течение всего опыта. Изменение хотя бы одного из условий стандартизации опыта требует, вообще говоря, учета всех поправок.

Если счетчик в силу тех или иных причин меняет свою эффективность (изменяется характеристика, растет число ложных импульсов и т. д.), то требуется ввести соответствующую поправку (K_4). Обычно полагают, что собственная эффективность счетчиков для бета-частиц равна 100% ($\epsilon_\beta = 1$). Изменение эффективности счетчика в ту или другую сторону непосредственно трудно оценить, но оно автоматически учитывается при систематических измерениях эталона, и соответствующая поправка входит в коэффициент воспроизводимости. При относительных измерениях активности γ -источников поправка на изменение эффективности γ -счетчика играет существенную роль (см. работу № 4).

При нарушении во время опыта стандартных геометрических условий (расстояние, телесный угол) все результаты измерений следует привести к одному и тому же значению геометрического фактора η (K_5), как это показано в работе № 6.

Эта же причина, а также смена счетчика требуют введения поправки (K_6) на поглощение и рассеяние бета-частиц по пути в чувствительный объем счетчика (см. работу № 9).

Поправка на самоослабление (K_7) вводится, если сравниваются источники различной толщины (в мг/см^2), а поправка на обратное рассеяние (K_8) — если препараты помещаются на разных подложках (см. работу № 11).

Поскольку относительные измерения предполагают сравнение активности источников, содержащих один и тот же изотоп, поправка на различие в схемах распада атомных ядер (K_9) здесь не рассматривается.

Если же сравниваются активности источников, содержащих разные изотопы, то даже при полной тождественности условий измерений необходимо вводить поправки K_6 , K_7 , K_8 и (в случае разных схем распада) K_9 .

Несмотря на обилие рассмотренных факторов, относительные измерения проводятся сравнительно просто, поскольку стандартизация условий опыта легко осуществима, и поэтому результаты измерения скорости счета Обыч

но требуется исправить только на мертвое время и фон, а также вычислить ошибки.

Если при относительных измерениях эталоном сравнения является препарат с известной абсолютной активностью— стандарт, то от результатов отдельных измерений легко перейти к абсолютной активности исследуемых образцов. Для этой цели проводится градуировка счетной аппаратуры по стандартам, приготавливаемым для каждого изучаемого изотопна. Суть градуировки состоит в нахождении коэффициента перехода от измеренного на установке числа импульсов стандартного излучателя к полному числу частиц, испускаемых стандартом, т. е. в нахождении эффективности счета ϕ .

Абсолютные измерения бета-активности

Необходимость абсолютных измерений. Методы определения активности, основанные на подсчете полного числа распадающихся ядер, носят название абсолютных методов. Абсолютная активность препаратов выражается, как известно, в единицах радиоактивности— *кюри, милликюри, микрокюри*.

В биологических исследованиях с применением радиоактивных изотопов нередко возникает необходимость определить абсолютную активность как исходных радиоактивных веществ, используемых в эксперименте, так и получаемого в опыте биологического материала. Если требуется приготовить радиоактивный раствор с заданной удельной активностью, то в этом случае желательно (независимо от паспорта) измерить абсолютную активность исходного раствора и произвести нужное разведение.

Знание полного числа испускаемых источником ионизирующих частиц очень важно для целей радиобиологии, изучающей действие ядерных излучений на биологические объекты. Оценка действия радиации при введении радиоактивных веществ внутрь организма человека, животного или растения, вопросы поглощения энергии излучения в облучаемых объектах, проблемы дозиметрии, имеющие актуальное значение в современной биологии, медицине и химии, предусматривают в конечном счете знание абсолютной активности применяемых изотопов.

Связанное с абсолютной активностью число радиоактивных ядер в образце может служить индикатором нейтронного потока, в котором был облучен образец.

Таким образом, в целом ряде задач исследователь не мо-

жет удовлетвориться относительными результатами—он должен дать ответ на вопрос об абсолютном содержании радиоактивности в изучаемых объектах.

Методы абсолютных измерений. Абсолютные измерения активности источников β - и γ -излучений могут осуществляться методами, основанными на счете отдельных частиц (или квантов) и на измерении интенсивности излучений. К последним относятся: определение абсолютной активности путем измерения ионизации, создаваемой бета-частицами, вылетающими из внутренней стенки ионизационной камеры (метод камеры Грея с радиоактивными стенками)^[2]; определение активности путем измерения дозы бета-излучения на пограничной поверхности водного раствора^[2]; измерения с помощью калориметра^[2]; измерения по току с помощью пропорционального счетчика и др. Эти методы требуют знания средней энергии бета-излучения (или квантов) исследуемого препарата и уступают в точности методам, основанным на счете отдельных частиц.

Методы, использующие регистрацию отдельных частиц, более распространены и обладают большой универсальностью. К ним относятся: метод β - γ совпадений^[4], метод фотографических эмульсий, метод торцового счетчика с фиксированной геометрией^[1,3], метод 4 π -счетчика^[3, 4, 5] и др.

Рассмотрим особо два наиболее распространенных в современной радиометрии метода — метод торцового счетчика с фиксированным телесным углом и метод 4 π -счетчика. Этими методами выполняется задание настоящей работы по определению абсолютной активности бета-препарата, приготовленного из исследуемого радиоактивного раствора.

Метод торцового счетчика с фиксированной геометрией. В практике биологических лабораторий абсолютную активность бета-излучателей в большинстве случаев определяют при помощи торцового счетчика. Этот метод прост по идее и при соблюдении необходимых условий дает достаточно точные результаты. В методе используется обычная счетная аппаратура, имеющаяся в каждой изотопной лаборатории, что делает его доступным широкому кругу исследователей.

Абсолютная активность (полное число распадов в единицу времени) измеряется в условиях «фиксированной геометрии». Для этого радиоактивный образец помещают на некотором расстоянии (>20 мм) от окна счетчика на продолжении его оси. Образец для измерения готовится в виде небольшого «пятна» (диаметром 2—3 мм), имеющего малую

толщину ($<50 \text{ мкг/см}^2$). Подложкой служит тонкая пленка из материала с малым атомным номером. При этих условиях излучение, испускаемое образцом (здесь идет речь о бета-излучении) изотропно распределено по направлениям.

Под окном счетчика на строго фиксированном расстоянии от образца помещают точно калиброванную диафрагму, толщина которой превышает значение максимального пробега бета-излучения исследуемого изотопа. Схематическое расположение источника и счетчика в этом методе аналогично приведенному на рис. 25 (см. часть 1, работа № 6). Очевидно, что в таком случае внутрь счетчика могут проникнуть только те частицы, которые пройдут через отверстие в диафрагме.

Напомним, что в работе № 6 мы уже проводили грубое определение абсолютной активности препарата P^{32} этим методом, учитывая только геометрический фактор η и игнорируя другие факторы, с которыми мы теперь знакомы.

При точных измерениях абсолютной бета-активности препаратов необходимо, вообще говоря, учитывать все факторы (2), рассмотренные нами в предыдущих работах. Некоторые из них иллюстрируются рис. 44. На рисунке не показана диафрагма, вырезающая фиксированный телесный угол; препарат и подложка к нему изображены толстыми для удобства иллюстрации. Отрезки, выходящие из препарата и оканчивающиеся стрелками, изображают (очень условно) «судьбу» бета-частиц, выброшенных радиоактивными атомами.

Радиоактивный препарат излучает бета-частицы по всем направлениям в пространство—1 и 2. Некоторая доля всех бета-частиц заключена в пределах эффективного телесного угла, вырезаемого счетчиком (а точнее — диафрагмой). Из

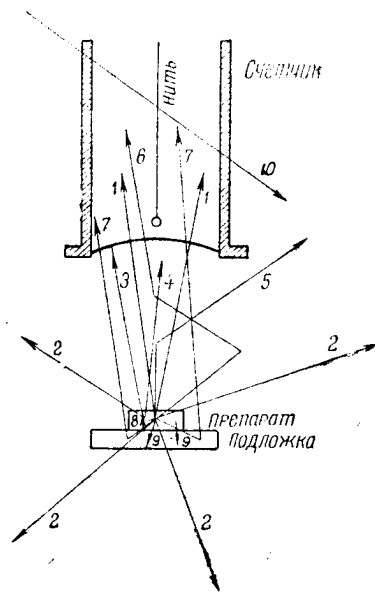


Рис. 44. Схема, поясняющая действие некоторых факторов, влияющих на результаты измерения активности (обозначения — в тексте).

них наряду с частицами, непосредственно проходящими в счетчик—1, всегда имеются частицы, которые испытывают поглощение в самом препарате — 8, окне счетчика — 3 и слое воздуха между препаратом и счетчиком — 4. Некоторые бета-частицы в результате многократного рассеяния в воздухе уходят из данного телесного угла—5; другие — наоборот, попадают в счетчик, будучи первоначально испущенными в иных направлениях — 6. К последним также относятся частицы, претерпевающие обратное рассеяние от подложки,—7. Если толщина подложки больше толщины насыщения, то обратное рассеяние перестает нарастать вследствие поглощения бета-частиц в материале подложки — 9. И наконец, частицы, пронизывающие счетчик независимо от излучения препарата, создают фон счетчика — 10.

Абсолютные измерения требуют определения поправок с большой точностью. Очевидно, что чем меньше сами поправки, тем меньше ошибки при определении этих поправочных коэффициентов влияют на общую точность измерения. Поэтому, применяя специальные приемы, стремятся создать такие условия, при которых отдельными поправками можно пренебречь.

Резюмируем вопрос о поправках при определении абсолютной активности бета-излучающих изотопов методом торцового счетчика.

1. Мертвое время счетчика (разрешающее время счетной установки). Поправка на мертвое время вносится в величину регистрируемой скорости счета N прежде всех остальных поправок. Поправка на мертвое время определяется, как известно, по формуле:

$$K_{\tau} = \frac{1}{1 - N \cdot \tau}, \quad (3)$$

а исправленная скорость счета, соответственно:

$$N_0 = NK_{\tau} = \frac{N}{1 - N\tau} \quad (4)$$

Величина мертвого времени τ близка к $3 \cdot 10^{-4}$ сек. $\approx 5 \cdot 10^{-6}$ мин. Поправка K_{τ} не превышает 1%, если скорость счета $N \leq 2000$ имп/мин.

2. Фон счетчика. Фон всегда вычитается после введения поправки на мертвое время.

$$J = N_{\text{пр}} = N_0 - N_{\text{ф}} \quad (5)$$

Если общий фон включает в себя фон от γ -излучения препарата, необходимо снять кривую поглощения бета-частиц; тогда остаточная после поглощения бета-частиц активность будет принадлежать γ -компоненте.

Для уменьшения фона и его вариаций следует счетчик помещать в свинцовую защиту с толщиной стенок ~ 5 мм.

3. Воспроизводимость показаний прибора. Для абсолютных измерений следует обеспечить 100%-ю воспроизводимость показаний, что предполагает стабильную работу счетчика и установки и постоянство расположения всех деталей. Разумеется, для получения достоверных результатов нужно пользоваться торцовым счетчиком хорошего качества, имеющим длинное плато (>250 вольт) с нулевым наклоном.

4. Эффективность ϵ_β счетчика к бета-лучам. Счетчик должен регистрировать все бета-частицы, попадающие в его чувствительный объем, и не должен давать ложных импульсов, не связанных с попаданием в него частиц ($\epsilon_\beta = 1$). Первому условию (100%-ная регистрация) удовлетворяют почти все самогасящиеся счетчики Гейгера-Мюллера. Диффрагмирование пучка бета-частиц, благодаря которому все частицы проходят в глубину чувствительного объема счетчика, дополнительно снижает вероятность просчета. Второму условию (отсутствие ложных импульсов) удовлетворяют только те счетчики, у которых плато характеристики при достаточной протяженности практически не имеет наклона. В этом случае колебания эффективности счетчика обычно лежат в пределах общих аппаратурных ошибок и можно положить $\epsilon_\beta = 1$.

5. Геометрический фактор η . Геометрический фактор для случая торцового счетчика определяется по формуле:

$$\eta = 0,5 \left[1 - \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{r^2}{h^2}}} \right] \quad (6)$$

где r — радиус отверстия, а h — расстояние от препарата до верхнего края диафрагмы (см. работу № 6).

В случае точечного источника, находящегося на расстоянии 2—3 см от счетчика, погрешность в определении относительного телесного угла, вырезаемого диафрагмой, можно считать равной 1—2%.

Поправка на геометрический фактор вводится после учета поправок на мертвое время и фон.

6. Поправка на поглощение и рассеяние бета-излучения в стенке (окошке) счетчика и в слое между препаратом и счетчиком. В работе № 9 указывалось на трудности при определении этой поправки. Поправка на поглощение определялась нами либо по формуле:

$$K_{\text{полг}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu z_{\text{эфф}}} \quad (7)$$

где $z_{\text{эфф}} = (\rho_B \cdot x_B + \rho_{\text{ст}} \cdot x_{\text{ст}})_{\text{эфф}}$, либо графическим экстраполированием кривой поглощения к нулевой толщине. Однако неэкспоненциальный характер поглощения бета-частиц в тонких слоях вещества [3] ставит под сомнение справедливость такого способа введения поправки. Это в первую очередь относится к бета-излучению малой энергии. В таблице 1 приводятся значения поправок на поглощение бета-излучения C^{14} , S^{35} , Ca^{45} и Tl^{204} , полученных автором при помощи методики, описанной в указанной работе [3] для случая, когда геометрический фактор $\eta = 0,08$ (точечный источник расположен на расстоянии 15 мм от диафрагмы диаметром 19,45 мм).

Таблица 1

Поправка на поглощение $K_{\text{полг}}$ бета-излучения ($\eta = 0,08$)

Эффективная толщина поглотителя, мг/см ²	C^{14}	S^{35}	Ca^{45}	Tl^{204}
0	1,000	1,000	1,000	1,000
1	0,617	0,645	0,748	0,839
2	0,427	0,483	0,613	0,775
3	0,322	0,373	0,531	0,743
4	0,242	0,288	0,459	0,712
5	0,183	0,223	0,397	0,682
6	0,137	0,172	0,347	0,653
7	0,103	0,133	0,304	0,626
8	0,077	0,103	0,264	0,599

Табличные значения $K_{\text{полг}}$ существенно отличаются от вычисленных по формуле (7).

В случае жесткого бета-излучения (P^{32} , Sr^{89} и др.) поправ-

ка на поглощение в воздухе и окне торцового счетчика невелика при ее определении достаточно воспользоваться формулой (7).

7. Самоослабление бета-излучения в образце. Коэффициент самоослабления $s = \frac{J}{J_0}$ (см. работу № 11) определяется либо по формуле

$$s = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} \quad (8)$$

для препаратов толщиной $d_{1/2} < l < R_M$, либо экспериментальным путем. При абсолютных измерениях рекомендуется вообще исключать поправку на самоослабление путем приготовления чрезвычайно тонких препаратов, толщина которых меньше $\frac{d_{1/2}}{100}$. Ошибка, вносимая при этом допущении, составит менее 1%.

8. Обратное рассеяние от подложки. Коэффициент обратного рассеяния $q = \frac{J_0 + \Delta J_0}{J_0}$ определяется экспериментально—сравнением скоростей счета источников, нанесенных на очень тонкую пленку и на подложку из определенного материала данной толщины. В условиях эксперимента коэффициент q может принимать значения, большие или равные единице, $q \geq 1$. Если коэффициент самоослабления s заметно отличен от единицы (достаточно толстый препарат), то поправку на обратное отражение q вводить не следует. При точных абсолютных измерениях рекомендуется приготавливать очень тонкие подложки (из органической пленки), толщина которых $d < 100$ мкг/см², и пренебрегать рассеянием бета-излучения в них.

9. Схема распада изотопа. Поправка на схему распада не вводится, если бета-излучение данного изотопа имеет простой спектр ($P=1$). В общем случае при измерении активности по скорости бета-счета нужно учитывать, что в одном акте распада в среднем может испускаться либо меньше одной бета-частицы (разветвленная схема распада), либо больше одной (конверсионные электроны). Например, распад ядра Ce^{141} происходит в 30% случаев с испусканием бета-частицы ($E_M = 0,56$ мэв), а в 70% случаев—с испусканием бета-частицы ($E_M = 0,41$ мэв) и гамма-кванта с энергией $h\nu = 0,45$ мэв. Гамма-переход генерирует конверсионные элект-

роны e^- с коэффициентом конверсии $\alpha = 23\%$. Таким образом, вероятности испускания бета-частиц 1-го, 2-го—переходов и электронов внутренней конверсии находятся в соотношении: $p_1 : p_2 : p_{e^-} = 0,3 : 0,7 : 0,16$, а общее число электронов, приходящихся на один распад составляет

$$P_3 = 1,16 \frac{\text{частиц}}{\text{распад}},$$

т. е. больше единицы.

Сложный спектр бета-излучения принимается во внимание также при расчете поправок $K_{\text{погл}}$, s и q , ибо эффекты поглощения и рассеяния зависят от энергии парциальных бета-спектров. Для каждого парциального бета-спектра p_i следует определить, вообще говоря, свои значения поправок $K_{\text{погл}}$, s и q .

10. Статистические и другие ошибки измерения. Статистическую ошибку при измерении скорости счета можно сделать малой, увеличивая время измерения:

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{100\%}{N - N_{\text{ф}}} \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}} \quad (9)$$

Целесообразно предварительно, на основании грубого измерения скорости счета, рассчитать оптимальную продолжительность измерений, обеспечивающую заданную точность $\delta_{\text{пр}}$ (см. работу № 7). Труднее учесть ошибки при определении всех указанных поправок. Погрешность в определении геометрического фактора при диафрагмировании пучка бета-частиц можно сделать не более 2%. Ошибка в определении $K_{\text{погл}}$ составляет обычно менее 1% в случае $E_m > 1 \text{ мэв}$, 2—3% для $E_m \sim 0,5 \text{ мэв}$, и 5—10% для $E_m \sim 0,2 \text{ мэв}$. При работе с очень тонкими препаратами, нанесенными на практически «не отражающую» подложку общая ошибка абсолютных измерений активности бета-препаратов этим методом составляет около 3—4% для $E_m > 1 \text{ мэв}$ и 10—15% для $E_m \sim 0,2 \text{ мэв}$.

При условии калибровки торцового счетчика по данным измерения абсолютной активности эквивалентного образца в 4л-счетчике (см. работу С. П. Целищева и А. О. Фурмана [3]) максимальная погрешность может быть снижена до 3—5%.

Конечно, приведенная классификация условий измерений до некоторой степени искусственна. Например, поправки на поглощение, самоослабление и обратное рассеяние зависят от величины геометрического фактора и являются взаимосвязан-

ными. Поэтому необходимо учитывать все поправки одновременно.

Обозначая, как всегда, скорость счета, исправленную на мертвое время и фон, через $N_{пр}$ (или через J), имеем:

$$N_{пр} = N \cdot K_{\tau} - N_{ф} \quad (10)$$

Эта скорость счета связана с величиной абсолютной активности A (распадов в минуту) при помощи коэффициента пропорциональности F :

$$N_{пр} = F \cdot A \quad (11)$$

откуда

$$A = \frac{N_{пр}}{F} \quad (12)$$

Эффективность счета F в отличие от ранее введенной величины ϕ связывает исправленную скорость счета с абсолютной активностью. Этот коэффициент должен включать весь комплекс взаимосвязанных поправок на эффективность счетчика, величину телесного угла, поглощение, самоослабление, обратное отражение и, в случае надобности, на схему распада изотопа. Поэтому, полагая

$$F = \epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{погл} \cdot s \cdot q, \quad (13)$$

окончательно имеем:

$$A = \frac{N_{пр}}{\epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{п} \cdot s \cdot q} \frac{\text{распадов}}{\text{минуту}} \quad (14)$$

Активность в микроюри получим, разделив это выражение на число актов распада в 1 минуту для 1 микроюри, равное $2,22 \cdot 10^6$:

$$A = \frac{N_{пр}}{2,22 \cdot 10^6 \cdot \epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{п} \cdot s \cdot q} \text{микроюри} \quad (15)$$

В случае сложного бета-спектра или смеси бета-излучателей произведение $P \cdot K_{п} \cdot s \cdot q$ вычисляется для каждой компоненты в отдельности и результаты складываются; тогда формула (15) приобретает следующий вид:

$$A = \frac{N_{пр}}{2,22 \cdot 10^6 \cdot \epsilon_{\beta} \cdot \eta (p_1 k_1 s_1 q_1 + p_2 k_2 s_2 q_2 + \dots)} \text{микроюри} \quad (16)$$

Последнее выражение имеет место в случае, когда известны значения коэффициентов p , k , s , q для каждой энергетической компоненты. Если же какой-либо из этих коэффициентов определен экспериментально для данного изотопа со сложным спектром (или для данной смеси изотопов), то этот коэффициент входит множителем перед скобками в знаменателе формулы (16), так как он является теперь общим для всех компонент. Если экспериментально найдены все коэффициенты k , s , q , то в скобках остается лишь сумма коэффициентов, характеризующих схему распада ($p_1 + p_2 + p_3 + \dots$).

Метод 4π-счетчика. Разные типы 4π-счетчиков и принцип их работы описаны в литературе [4, 5]. Общим для всех 4π-счетчиков является то, что радиоактивный образец, абсолютная активность которого подлежит определению, вносится внутрь чувствительного объема счетчика, что позволяет регистрировать излучение, испускаемое во всех направлениях, т. е. в пределах полного телесного угла 4π. Это же дает возможность исключить введение поправок на геометрию, поглощение и обратное рассеяние бета-излучения. Поправки на самопоглощение и поглощение излучения в несущей пленке можно исключить путем приготовления образца в виде очень тонкого слоя (< 50 мкг/см²), помещаемого на пленку толщиной 10—30 мкг/см².

Если отвлечься от вопросов техники измерения, то применение 4π-счетчика не встречает никаких трудностей принципиального характера. Должно быть поставлено только одно условие, выполняющееся, впрочем, почти для всех радиоактивных изотопов: на распад одного ядра должна быть испущена, по крайней мере, одна частица, которая неверняка вызовет срабатывание счетчика, т. е. β⁻ или β⁺-частица. Дополнительные частицы или кванты, сопровождающие бета-испускание (электроны конверсии, γ-линии, аннигиляционное излучение), не создают помех, так как вызванные ими импульсы совпадают и сливаются с импульсами бета-частиц. Не нужно знать даже схемы распада, в этом заключается особое преимущество метода.

Таким образом, 4π-счетчик позволяет непосредственно регистрировать практически все акты распада радиоактивных ядер, происходящие в измеряемом образце. Формула (15) для определения абсолютной активности методом 4π-счетчика приобретает чрезвычайно простой вид:

$$A = \frac{N_{\text{пр. 4}\pi}}{2,22 \cdot 10^6} \text{ мккюри} \quad (17)$$

где $N_{\text{иср. 4л}}$ — как обычно, скорость счета, исправленная на мертвое время и фон 4л-счетчика. Поправку на мертвое время, которая требует вычисления, можно также исключить путем применения малоактивных препаратов, дающих в 4л-счетчике скорость счета, не превышающую 2000 *имп/мин*.

Не останавливаясь на различных вариантах 4л-счетчиков, в частности на специальных вопросах конструкции, касающихся оптимальной формы электрического поля в счетчике, расположения подложки с препаратом, режима работы и т. д., опишем кратко устройство и основные особенности 4л-счетчика, имеющегося в нашей лаборатории.

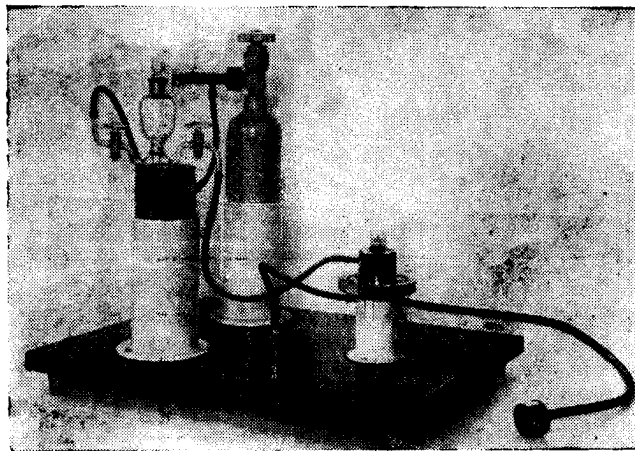


Рис. 45. Счетчик для абсолютных измерений СА-4л-БФЛ (внешний вид). Выпускается экспериментально-механической мастерской ТСХА.

Внешний вид счетчика СА-4л-БФЛ, сконструированного в Биофизической лаборатории ТСХА [6], представлен на рис. 45. Собственно 4л-счетчик изображен в правой части рисунка в металлической подставке. Баллон с гелием (на заднем плане) и дюар со смесительной пробиркой уже знакомы нам по счетчику СОТ-30-БФЛ (см. работу № 12) и сразу наводят на мысль, что 4л-счетчик работает в газопотоочном режиме. Состав газовой смеси (гелий, спирт и эфир) такой же, как и в случае счетчика СОТ-30-БФЛ.

На рис. 46 4л-счетчик показан в собранном и разобранном виде, а на рис. 47 дан его схематический разрез.

Счетчик представляет собой разборную конструкцию, состоящую из двух стальных никелированных цилиндров 1 (см. рис. 47), образующих при сборке катод счетчика. С наружных торцов в цилиндры ввернуты плексигласовые (или пластмассовые) изоляторы 3 и 4. В одном из них на резьбе укреплен ме-

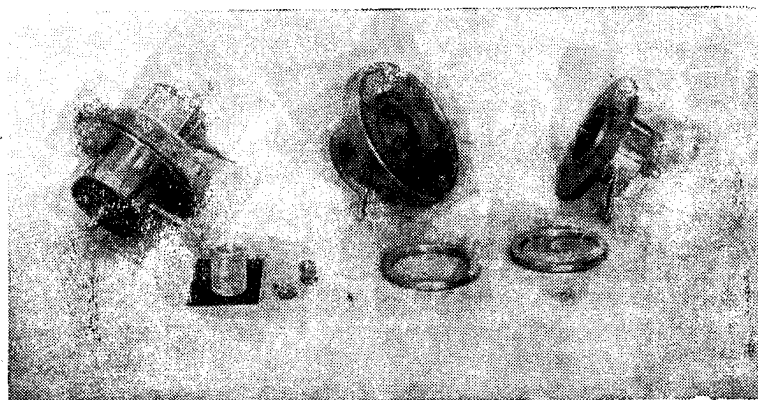


Рис. 46 4л-счетчик в собранном и разобранном виде. Внизу, слева направо: предохранительный колпачок, шайба и пружина для крепления нити, кольца с тонкой пленкой, на которую наносится измеряемый препарат.

таллический колпачок 8, на который подается высокое напряжение. В колпачке крепится вольфрамовая нить (0,15 мм) 6, оканчивающаяся стеклянной бусинкой. Когда счетчик собран, нить проходит в отверстие второго изолятора, крепится за бусинку шайбой 12 и натягивается пружиной 11. Пружина помещается в кольцевой выточке втулки 10. Поверх крепящего устройства навинчивается плексигласовый колпачок 13. Пружина, шайба и колпачок видны слева на переднем плане рисунка 46.

Для установки радиоактивного образца в 4л-счетчик применяется металлическое кольцо 5, несущее тонкую органическую пленку 9 (см. также справа внизу рис. 46), приготовленную описанным ниже способом.

Пленка, на которой помещен образец 7, имеет в центре отверстие, сквозь него проходит нить—анод счетчика.

При сборке 4л-счетчика пропускают нить в отверстие пленки, а кольцо с пленкой надевают на бортик нижнего цилиндра (см. рис. 47а). Затем пропускают нить в воронку верхней крышки и совмещают направляющие штифты верхней половины с соответствующими отверстиями нижней половины счетчика. Соединительным кольцом 2 свинчивают обе части счетчика, при помощи пружины и шайбы натягивают нить и,

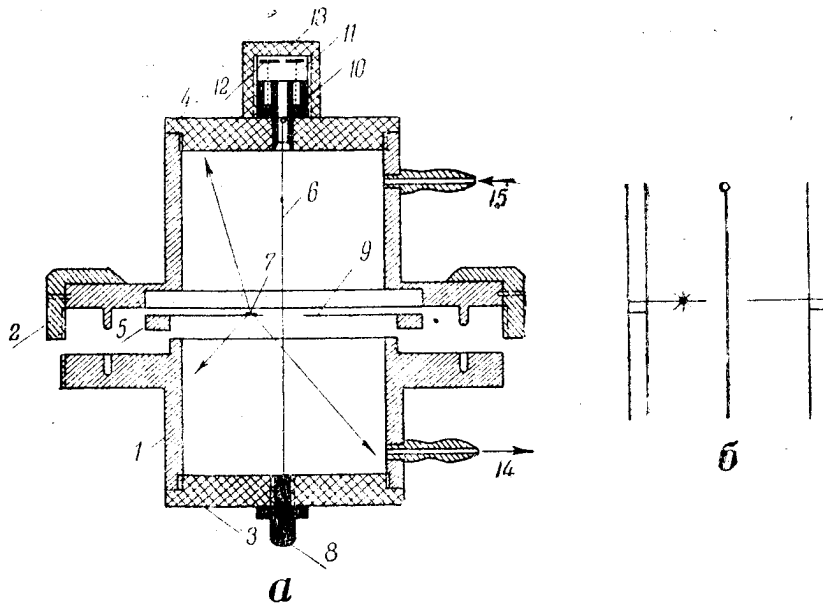


Рис. 47а. Схематический разрез 4л-счетчика (обозначения — в тексте).
б. Положение радиоактивного препарата внутри 4л-счетчика.

наконец, навинчивают плексигласовый колпачок. Когда счетчик собран, он представляет собой единый цилиндр; в средней плоскости его поперечного сечения находится пленка с образцом (см. рис. 47б).

Как указывалось, 4л-счетчик данной конструкции работает в проточном режиме. Рабочая газовая смесь поступает из смесителя по резиновой трубке в штуцер 15, проходит через счетчик и выходит через штуцер 14 на выхлопную пробирку. Счетчик СА-4л-БФЛ работает в области Гейгера со стандартной регистрирующей аппаратурой типа Б или Б-2. Краткие технические данные счетчика СА-4л-БФЛ:

1. Счетчик типа СА-4л-БФЛ служит для измерения абсолютной активности растворов, содержащих радиоактивные изотопы, испускающие бета-излучение в интервале энергий от 100 кэв и выше.

2. Напряжение начала счета

при t смеси 20°C 1700—1800 в.

при t смеси 0°C 1500—1600 в.

3. Наименьшая протяженность плато 200 вольт.

4. Наибольший наклон плато на 100 в. 1,5%.

5. Наибольший фон 60 *имп/мин.*

6. Мертвое время при работе в области Гейгера 3—
4 · 10⁻⁴ сек.

7. Амплитуда импульса, выдаваемого 4л-счетчиком, работающим в области Гейгера не ниже 0,4 в.

8. 4л-счетчик в сочетании с широкополосным усилителем импульсов может работать также в области пропорционального счета.

9. Состав рабочей газовой смеси: гелий+смесь этилового спирта и серного эфира. В смесительную пробирку наливается 20—30 мл готовой смеси абсолютного спирта и эфира в объемном соотношении 96% и 4%.

Наилучший режим работы—при 0°C. Однако счетчик работает и при комнатной температуре. Оптимальная скорость течения газа, проходящего через систему, отвечает примерно 5—10 пузырькам в секунду на выхлопной пробирке. Расход гелия при непрерывной работе около 1 литра в час.

10. Показателем правильного выбора количества и температуры смеси, а также скорости тока газа является наличие длинного горизонтального плато характеристики 4л-счетчика. Перед каждым новым измерением рекомендуется проверять плато счетчика.

11. Ошибка в определении абсолютной активности бета-излучающих образцов главным образом связана с поглощением бета-частиц в материале образца и его подложке. Эта ошибка зависит от энергии излучения и толщины образца и пленки, а также определяется неточностью при измерении объема капли радиоактивного раствора, взятой для приготовления образца.

При соблюдении специальной методики (см. ниже) приготовления радиоактивных образцов толщиной не более 50 мкг на 1 см² и тонких органических пленок толщиной 10—30 мкг на 1 см² точность определения абсолютной бета-активности

изотопов можно довести до 2—3% для жесткого бета-излучения и 3—5% для мягкого бета-излучения.

12. Наличие внутри счетчика непроводящей органической пленки с радиоактивным образцом практически не искажает симметрию электростатического поля счетчика, т. к. пленка расположена по обе стороны нити вдоль силовых линий поля. Эффекты поляризации и зарядки пленки с образцом (если они имеют место) не сказываются на счетных качествах счетчика. Это подтверждается высокой стабильностью отсчетов 4π-счетчика при данном напряжении и постоянством плато счетной характеристики при прочих равных условиях. Наличие хорошего плато является показателем того, что эффективность счетчика к регистрации бета-частиц практически не отличается от 100% (отсутствие ложных импульсов). Счетчики СА-4π-БФЛ изготавливаются экспериментально-механическими мастерскими ТСХА.

Приготовление тонких пленок и образцов. Тонкие пленки, играющие роль подложек для радиоактивных образцов, изготавливаются методом растекания по стеклу раствора плексигласа в дихлорэтаноле. 20 миллиграммов мелких плексигласовых стружек растворяют в течение 8—10 часов в 20—25 см³ дихлорэтанола. Затем 10—15 см³ этого раствора наливают на чистую, предварительно протертую эфиром и просушенную поверхность стекла размером 18×24 см². Покачиванием стекла добиваются равномерного растекания раствора по всей поверхности. После испарения дихлорэтанола на стекле остается тонкая интерферирующая плексигласовая пленка, которая затем ланцетом нарезается на квадраты с таким расчетом, чтобы размеры их были несколько больше диаметра поддерживающих колец 4π-счетчика. Стекло с надрезанной пленкой помещают затем в плоскую кювету, в которую постепенно наливают воду. Квадраты пленки начинают отставать от стекла и всплывают на поверхность воды. Под пленку с помощью изогнутой свинцовой пластинки подводят кольцо, на которое «ловят» пленку. Затем пленка сушится, после чего при помощи нагретого круглого железного стержня в центре пленки прожигается отверстие диаметром 10—12 мм. Такие пленки на кольцах видны на рис. 46. Этим способом можно приготовить пленки толщиной 20—40 мкг/см². Растворяя меньшее количество плексигласа, можно при некотором навыке получать более тонкие пленки.

Для определения абсолютной активности исследуемого радиоактивного раствора капли этого раствора наносят на

вышеупомянутую пленку. Для этой цели лучше всего пользоваться пипеткой на 0,2 мл, конец которой предварительно вытягивается на газовой горелке в тонкое «жало». Такая градуированная пипетка позволяет получать небольшие стандартные капли определенного объема (5—10 мм³). Две-три капли радиоактивного раствора, разбавленного в известное число раз с тем, чтобы не получить слишком большой скорости счета в 4л-счетчике, наносятся на пленку в разных местах на расстоянии ≈ 5 мм от отверстия и высушиваются при комнатной температуре. После испарения капли на пленке остается «пятно» диаметром 2—3 мм, имеющее поверхностную плотность менее 50 мкг/см² (при содержании носителя в рабочем растворе порядка 0,5—0,7 мг на 1 мл) и более или менее равномерное по толщине. Самопоглощение бета-излучения в столь тонких слоях можно не принимать во внимание даже в случае мягкого излучения С¹⁴ и S³⁵ (оценка поглощения бета-частиц С¹⁴ в кристалликах такого образца дает значение, не превышающее 2% от общего числа частиц).

Подробнее о счетчике СА-4л-БФЛ и о порядке работы с этим счетчиком можно ознакомиться по описанию и инструкции «Счетчик СА-БФЛ» [6].

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Счетчик Т-25-БФЛ с подставкой в свинцовом домике.
3. Счетчик СА-4л-БФЛ. Баллон с гелием. Смесь спирта и эфира. Лед.
4. Кольцо с пленкой, несущей препарат Р³² (S³⁵) (выпаренная капля известного объема).
5. Кольцо с пленкой без препарата.
6. Урановый эталон.
7. Препарат Р³² (S³⁵) на алюминиевой чашечке (объемы капель, нанесенных на пленку и алюминиевую чашечку, одинаковы).
8. Алюминиевая подставка (26 мг/см²).
9. Алюминиевая диафрагма с отверстием диаметром 20 мм.
10. Плексигласовая подставка с круглой выточкой.
11. Линейка, штанген-циркуль, миллиметровая бумага.
12. Математический справочник, таблицы e^{-x} и e^x .

Упражнение 1

Измерение абсолютной активности препарата Р³² (S³⁵) методом 4л-счетчика

С 4л-счетчиками работа ведется по группам (каждая группа включает 5—6 курсантов). После ознакомления с устройством счетчика СА-4л-БФЛ каждая группа получает кольцо с пленкой и препаратом и такое же кольцо без препарата (для

измерения фона). Каждый курсант получает, кроме того, алюминиевую чашечку с препаратом, приготовленным из того же раствора и тем же способом, как в случае препарата на пленке. Объемы капель v мл, взятых для получения того и другого препарата, одинаковы и сообщаются преподавателем, наряду с наименованием изотопа, перед началом работы.

Поместить препарат в 4л-счетчик и подготовить последний к работе, согласно инструкции. После продува счетчика газом в течение 10 минут определить начальное напряжение V_H и выбрать рабочее напряжение (обычно $V_p = V_H + 100$ вольт). Для контроля стабильности работы 4л-счетчика провести пятикратное измерение скорости счета по 1 минуте при рабочем напряжении.

Препарат (P^{32} или S^{35}) измеряется в течение 5 минут. Затем нужно разобрать 4л-счетчик (предварительно снять напряжение!), вынуть кольцо с препаратом, поставить на его место кольцо с «пустой» пленкой и снова собрать счетчик. После 5-минутного продува измеряется фон 4л-счетчика при $V = V_p$ в течение 5 минут. Результаты измерений заносятся в таблицу 2.

Таблица 2
Абсолютные измерения в 4л-счетчике СА-БФЛ

$V_H = \dots \dots \dots$ вольт; $V_p = \dots \dots \dots$ вольт; $K = 64$

Препарат $\dots \dots \dots$ Объем капли $v = \dots \dots \dots$ мл

Дата	$t_{мин}$	a (b)	n имп	$N_{имп/мин}$	$N_0 = NK\tau$	$t_{ф мин}$	$v_{ф имп}$	$N_{ф имп/мин}$	$N_{4л} = N_0 - N_{ф}$ $имп/мин$
	5					5			

При необходимости ($N > 2000$ имп/мин) поправку на мертвое время учесть по формуле (4), приняв для 4л-счетчика $\tau = 3,6 \cdot 10^{-4}$ сек. $= 6 \cdot 10^{-5}$ мин. Окончательные результаты записать в виде:

$N_{4л} = \dots \dots \dots \pm \dots \dots \dots$ имп/мин

$A_{4л} = \dots \dots \dots$ микрокюри.

Удельная активность раствора $a_v = \frac{A}{v} = \dots \dots \dots$ мккюри/мл

Упражнение 2

Калибровка торцового счетчика Т-25-БФЛ по 4л-счетчику
СА-4л-БФЛ. Определение эффективности счета F

Препарат P^{32} (S^{35}) на алюминиевой чашечке поместить в гнездо плексигласовой подставки, которую установить на 4-ю позицию «этажерки» в свинцовом домике (стандартные условия). Измерить скорость счета препарата со статистической точностью не хуже 2%. При измерении фона убрать алюминиевую чашечку с препаратом, оставив на месте плексигласовую подставку.

Заполнить таблицу по следующей форме.

Таблица 3

Измерение активности препарата в стандартных условиях при помощи торцового счетчика Т-25-БФЛ

Счетчик Т-25-БФЛ №; $d_{ст} =$ мг/см²;

$V_p =$ вольт; $\kappa = 64$; позиция № 4; препарат на АІ-чашечке в плексигласовой подставке; $\delta_{пр} = 2\%$.

t мин	a (b)	n имп	N имп/мин	$N_0 = NKt$ имп/мин	$t_{ф}$ мин	n _ф имп	$N_{ф}$ имп/мин	$N_T = N_0 - N_{ф}$ имп/мин	$D_{пр}$ имп/мин	$\delta_{пр} \%$

Поправку на мертвое время, по-видимому, здесь не нужно вводить, так как должно быть $N < 2000$ имп/мин. Если это условие не соблюдается, то поправка вводится по соответствующей таблице для данного торцового счетчика, имеющейся у каждого курсанта (см. работу № 5).

Результат записать в виде: $N_T = \dots \pm \dots \frac{\text{имп}}{\text{мин}}$

Вычислить эффективность счета F, пользуясь данными 1 и 2 упражнений:

$$F = \frac{N_T}{N_{4л}} = \dots$$

Определить число импульсов в минуту при измерении активности данного препарата в стандартных условиях на торцовом счетчике, соответствующее 1 микрокюри:

$$B = \frac{N_T}{A_{4\pi}} = \dots \dots \dots \frac{\text{имп/мин}}{\text{мккюри}}$$

Упражнение 3

Определение абсолютной активности препарата . . . методом торцового счетчика с фиксированной геометрией

Чашечку с препаратом установить на центр алюминиевой пластинки, которая помещается на 4-ю позицию «этажерки». Алюминиевую диафрагму поместить на 1-ю позицию. Произвести измерения активности препарата, набирая не менее 5000 импульсов ($\delta_{\text{пр}} \leq 1,5\%$); для этого предварительно рассчитать продолжительности измерений t и $t_{\text{ф}}$.

Определить абсолютную активность препарата (см. формулу 15) в микрокюри. При вычислении необходимых поправок иметь в виду следующее:

а) радиус диафрагмы r и расстояние от препарата до верхнего края диафрагмы h измерять при помощи штанген-циркуля с точностью до 0,1 мм;

б) геометрический фактор η определять с точностью до третьего знака после запятой;

в) при расчете поправки на поглощение $K_{\text{п}}$ воспользоваться экспоненциальной зависимостью $K_{\text{п}} = e^{-\mu z_{\text{эфф}}}$, где μ берется из результатов соответствующего упражнения работы № 9, а $z_{\text{эфф}}$ включает толщину слюды счетчика $d_{\text{ст}}$ и толщину слоя воздуха между препаратом и слюдой счетчика — $x_{\text{в}} \cdot \rho_{\text{в}}$, причем $\rho = 1,3 \text{ мг/см}^3$; переход от z к $z_{\text{эфф}}$ для данного значения η осуществляется по данным таблицы 3 из работы № 9;

г) толщина препарата $l < 0,1 \text{ мг/см}^2$;

д) толщина алюминиевой подложки, включая чашечку и подставку, составляет $d = 52 \text{ мг/см}^2$; соответствующая поправка на обратное рассеяние q находится из экспериментальных графиков работы № 11;

е) эффективность бета-счетчика $\varepsilon_{\beta} = 1$.

Результаты измерений и промежуточных вычислений удобно свести в таблицу.

Таблица 4

Определение абсолютной активности препарата
методом торцового счетчика с фиксированной геометрией.
Счетчик Т-25-БФЛ №

t мин	a (b)	n илл	N илл/мин	t_{ϕ} мин	N_{ϕ} илл/мин	$N_0 = NK_c$ илл/мин	$N_{\text{пр}} = N_0 - N_{\phi}$ илл/мин	η	K_n	s	q	A_T мкюри

Окончательный результат:

$$A_T = \dots \dots \dots \text{мкюри}$$

сравнить с абсолютной активностью $A_{4\kappa}$, полученной при помощи 4π-счетчика.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Исследования в области дозиметрии ионизирующих излучений». Сб. статей, стр. 3—71, Изд. АН СССР Москва, 1957.
2. К. Ф. Вейсс «Радиоактивные стандартные препараты». Физматгиз, Москва, 1958.
3. С. П. Целищев и А. О. Фурман «Поглощение бета-излучения в тонких слоях вещества и его роль при абсолютных измерениях бета-активности». Известия ТСХА, № 3, 1957.
4. «Бета и гамма-спектроскопия» под редакцией К. Зигбана, стр. 745, Физматгиз, Москва, 1959.
5. К. К. Аглинцев «Дозиметрия ионизирующих излучений», стр. 193 и далее. ГИТТЛ, Москва, 1957.
6. «Счетчик СА-БФЛ» Описание и инструкция (составлено С. П. Целищевым и А. О. Фурманом), экспериментально-механическая мастерская ТСХА, Москва, 1957.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Работа № 8. Определение периода полураспада радиоактивного изотопа	3
Работа № 9. Изучение поглощения бета-частиц в веществе. Определение коэффициентов поглощения бета-излучения P^{32} и S^{35}	20
Работа № 10. Определение максимальной энергии бета-спектра методом полного поглощения. Идентификация изотопа	40
Работа № 11. Самоослабление бета-излучения в образце. Обратное рассеяние бета-излучения от подложки образца	51
Работа № 12. Измерения малых активностей при помощи газопроводного счетчика типа СОР-30-БФЛ	70
Работа № 13. Измерения абсолютной активности источников бета-излучения	81

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Цена 2 р. 50 к.

Л 113294 11/III—60 г. Объем 6³/₄ п. л. Тип. ТСХА. Зак. 1970. Тир. 3000

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

K₂

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

ОПЕЧАТКИ
к выпуску I

Страница	Строка	Напечатано	Должно быть
44	3 снизу	N	N _ф
74	6 снизу	$\gamma = \frac{1}{2\pi r} \arcsin \frac{r}{l}$	$\gamma = \frac{l}{\pi \sqrt{l^2 + h^2}} \arcsin \frac{r}{h}$
92	4 снизу	$\sigma_{пр}$	$\delta_{пр}$

к выпуску II

Страница	Строка	Напечатано	Должно быть
9	4 сверху	отисонтельно	относительно
55	12 сверху	фф	$l_{эфф}$
57	9 снизу	d	$d_{1/2}$
57	8 снизу	экспериментальной	экспериментальный
70	8 снизу	эффеткивности	эффективности
76	10 снизу	Упражнение 7	Упражнение 1
94	14 снизу	неверняка	наверняка
104	3 сверху	геонетрией	геометрией

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Цена 2 р. 50 к.

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

В. В. РАЧИНСКИЙ, А. Г. ТРЕЩОВ,
И. В. КОЛОСОВ

**Практикум по применению
изотопов и излучений
в сельском хозяйстве**

Выпуск V

РАДИОХИМИЯ

МОСКВА—1960

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радионуклеонная лаборатория

В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов

Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве

Выпуск V

РАДИОХИМИЯ

*Под общей редакцией доктора химических наук
В. В. РАЧИНСКОГО*

МОСКВА—1960

ПРЕДИСЛОВИЕ

Основная цель практикума по радиохимии заключается в том, чтобы обучающиеся получили первичные навыки препаративной и аналитической работы с использованием радиоактивных веществ в открытом виде.

Практикум начинается с работы по приготовлению раствора с заданной удельной активностью и концентрацией меченого элемента. В этой работе обучающиеся осуществляют первый шаг в практическом овладении методом радиоактивных индикаторов.

При использовании радиоактивных изотопов в качестве индикаторов одно из главных условий состоит в том, чтобы применяемый радиоактивный препарат был химически и радиохимически чистым. Поэтому необходимо практически познакомиться с основными методами определения радиохимической чистоты радиоактивных препаратов. Этому вопросу посвящена вторая работа практикума.

Одним из новых методов радиохимии и биологии является радиохроматографический метод. Этому методу уделено должное внимание в нашем практикуме. Первое знакомство с радиохроматографическим методом обучающиеся получают на примере применения его в определении радиохимической чистоты радиоактивных препаратов.

Две следующие работы данного практикума — метод изотопного разведения и метод радиометрического титрования — знакомят обучающихся с двумя важными радиохимическими методами количественного анализа, применяющимися в химии и биологии.

Последняя, пятая работа практикума посвящена изучению реакций изотопного обмена. Вопрос о реакциях изотопного обмена имеет большое значение при использовании метода меченых атомов в биологии. Реакции изотопного обмена сопровождают процессы переноса и распределения веществ в живых организмах, в почвах и других системах. Для правильной интерпретации экспериментальных результатов, по-

лученных с помощью метода меченых атомов при изучении химического пути веществ, нужно выяснить, какие соединения и в какой степени участвуют в реакциях изотопного обмена. В биохимии для изучения реакций изотопного обмена часто применяют метод *in vitro**.

Практикум по радиохимии завершает серию лабораторных работ по общей части курса, после чего обучающиеся приступают к выполнению практических работ по специальной части курса.

Все дальнейшие работы должны выполняться при строгом и безусловном выполнении правил техники безопасности работы с радиоактивными веществами.

* *in vitro* проведение процесса вне живого организма.

РАБОТА № 1

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА С ЗАДАННОЙ УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТЬЮ И КОНЦЕНТРАЦИЕЙ МЕЧЕНОГО ЭЛЕМЕНТА

Введение

Работа по применению радиоактивных изотопов в качестве меченых атомов (радиоактивных индикаторов) начинается, как правило, с приготовления раствора с заданной удельной активностью и концентрацией меченого элемента. Поэтому практикум по радиохимии мы начинаем именно с этой конкретной задачи.

Напомним некоторые основные понятия, которые необходимо знать для выполнения данной работы и других работ практикума.

Радиоактивность — свойство неустойчивых атомных ядер самопроизвольно превращаться с испусканием при этом ядерных излучений.

Активность радиоактивного изотопа — величина, измеряемая числом радиоактивных распадов в единицу времени.

Согласно закону радиоактивного распада активность пропорциональна количеству радиоактивных ядер:

$$A = \lambda N, \quad (1)$$

где λ — постоянная распада, N — число радиоактивных ядер в данный момент времени.

Отсюда следует, что величина активности радиоактивного изотопа может служить мерой количества радиоактивного изотопа:

$$N = A/\lambda \quad (2)$$

Так как вес одного атома изотопа равен $\mu/6,02 \cdot 10^{23}$, где μ — грамм-атом данного изотопа, $6,02 \cdot 10^{23}$ — число Авогадро

(число атомов в грамм-атоме), то вес N радиоактивных атомов будет:

$$P = N\mu/6,02 \cdot 10^{23} \quad (3)$$

Подставляя (2) в (3), получим:

$$P = \frac{A}{\lambda} \cdot \frac{\mu}{6,02 \cdot 10^{23}} \quad (4)$$

Постоянная распада λ связана с периодом полураспада $T_{1/2}$ соотношением:

$$\lambda = \frac{0,693}{T_{1/2}} \quad (5)$$

Поэтому формулу (4) можно написать в другом виде:

$$P = A\mu T_{1/2}/4,17 \cdot 10^{23} \quad (6)$$

Международная единица активности — 1 кюри (К) = $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов в секунду.

Активность радиоактивных изотопов может измеряться также и в условных единицах, выбор которых зависит от применяемой радиометрической аппаратуры. Например, при измерении активности с помощью счетчиков частиц удобно активность измерять числом импульсов в единицу времени (скорость счета).

Удельная активность радиоактивного изотопа — активность радиоактивного изотопа, отнесенная к единице его веса:

$$a = \frac{A}{P} \quad (7)$$

Из формулы (6) следует:

$$a = 4,17 \cdot 10^{23} / \mu T_{1/2} \frac{\text{расп.}}{\text{сек.г}} = 1,13 \cdot 10^{13} / \mu T_{1/2} \frac{\text{кюри}}{\text{г}} \quad (8)$$

Из (8) видно, что удельная активность радиоактивного изотопа не зависит от количества радиоактивного изотопа, а определяется исключительно его атомным весом и периодом полураспада.

Удельная активность радиоактивного вещества — активность радиоактивного изотопа, отнесенная к единице веса данного вещества, в составе которого находит-

ся данный изотоп; измеряется обычно в единицах активности на 1 г радиоактивного вещества.

Удельная активность раствора — активность радиоактивного изотопа, отнесенная к единице объема раствора, содержащего радиоактивный изотоп; измеряется обычно в единицах активности на 1 мл раствора.

При растворении радиоактивного вещества или разбавлении радиоактивного раствора, вследствие постоянства общей активности и массы радиоактивного изотопа, его удельная активность (а также удельная активность радиоактивного вещества) не изменяется. Величина же удельной активности раствора при разбавлении изменяется.

Изотопом-индикатором (меткой) называется такой изотоп, который, будучи введенным в состав данного вещества, участвует в различных процессах тождественно или подобно данному веществу, и перенос которого можно экспериментально контролировать.

В качестве изотопов-индикаторов могут использоваться стабильные и радиоактивные изотопы. В соответствии с этим различают стабильные и радиоактивные индикаторы.

Если в состав химического элемента или его соединения введен в качестве индикатора изотоп того же химического элемента, то такой индикатор называется изотопным индикатором.

Если в состав химического элемента или его соединения введен в качестве индикатора изотоп другого химического элемента, то такой индикатор называется не изотопным индикатором.

Носителем данного радиоактивного изотопа называют макрокомпонент, вводимый в исследуемую систему, за которым следует радиоактивный изотоп — микрокомпонент.

Носителем данного радиоактивного изотопа может быть любой изотоп (или смесь изотопов) того же химического элемента, к которому принадлежит радиоактивный изотоп. В этом случае такой носитель называют изотопным носителем. В качестве изотопного носителя, как правило, берется природный химический элемент с его естественным составом изотопов.

Носителем данного радиоактивного изотопа может быть любой химический аналог или любое вещество, которое

переносится совместно с данным радиоактивным изотопом. В этом случае такой носитель называют неизотопным носителем.

Метод меченых атомов — экспериментальный метод исследования процессов переноса и превращений веществ, основанный на применении изотопов в качестве индикаторов.

Меченое вещество — вещество, в состав которого входит соответственно подобранный изотоп — индикатор.

Применяя изотопы в качестве индикаторов, можно получить меченые химические элементы и их соединения, меченые газы, жидкости, твердые тела и даже меченые организмы.

Удельная активность меченого вещества — активность радиоактивного изотопа-индикатора, отнесенная к единице веса меченого вещества.

Частным случаем меченого вещества является меченый химический элемент. В дальнейшем меченый элемент будем обозначать символом X^* , где X — символ химического элемента.

Постановка задачи

Поставим в качестве примера следующую конкретную задачу: приготовить радиоактивный раствор $\text{KH}_2\text{P}^*\text{O}_4$ с удельной активностью меченого фосфора 1 мкК/мг P^* и концентрацией 10 мг P^* /мл в объеме 50 мл.

Из заданных условий следует, что удельная активность раствора должна быть равна 10 мкК/мл.

Для выполнения этой задачи необходимо иметь препарат радиоактивного изотопа фосфора-32. Каждый препарат, поступающий в лабораторию, сопровождается паспортом, в котором дана характеристика радиоактивного препарата. В качестве примера в таблице 1 приведен образец паспорта на препарат фосфора-32. Предположим, что для выполнения работы нам предстоит использовать этот препарат. Пусть данная работа выполняется в тот же день, который указан в паспорте и, следовательно, поправку на радиоактивный распад изотопа вводить не нужно. Если же дата, на которую произведен расчет активности поставщиком отлична от даты работы, то необходимо вычислить активность препарата на дату работы, введя поправку на радиоактивный распад.

Т а б л и ц а 1

Паспорт № 1001

на соединение (препарат): однозамещенный фосфат калия с радиоактивным изотопом фосфор-32, стандартная фасовка (номинал): 10 милликюри.

Вес или объем: — г, 2 мл, количество фасовок: 1 шт.

Общая активность по номиналу: 10 милликюри.

ВТУ ГАТУ 150—57 квалификация «ч», сорт 1.

№№ партии 700/20 от 5/1 1958

№№	Характеристика препарата или соединения		Примечание
	наименование показателей	Установлено анализом	
1	Внешний вид	Прозрачный бесцветный водный раствор	Активность дана на 12 час. дня
2	Удельная активность на 10/1—58 в милликюри на г или мл	5 милликюри/мл	
3	Содержание основного вещества—фосфора	5 мг/мл	
4	Другие показатели	pH 5 не содержит анионов: NO ₂ ['] , NO ₃ ['] , PO ₂ ^{'''} , PO ₃ ^{'''}	

Препарат зафасован в стеклянную ампулу и помещен в контейнер типа АК.

№ контейнера X-2001.

Контейнер опломбирован пломбой с оттиском Р/20.

Паспорт составлен (подпись)

Проверено ОТК (подпись)

5/1 1958.

Обозначим радиоактивный раствор, содержащийся в ампуле, раствором А. Обычно после получения радиоактивного препарата содержимое ампулы переводят в мерную колбочку. Перенос радиоактивного препарата из ампулы в новую тару должен быть выполнен тщательно и без потерь. Пусть радиоактивный раствор А из ампулы перенесен в мерную колбочку на 25 мл и доведен водой до метки. Общая активность фосфора-32 в новой таре остается прежней, но

удельная активность раствора и концентрация фосфора в нем изменяется.

Обозначим радиоактивный раствор, полученный после проведенного разбавления, раствором Б.

Рассчитаем удельную активность и концентрацию фосфора в этом растворе. Общая активность препарата фосфора-32 согласно паспорту равна 10 мК или 10000 мкК. Так как фосфор-32 находится теперь в растворе объемом 25 мл, то удельная активность раствора будет равна $10000/25 = 400$ мкК/мл. Общее содержание фосфора в растворе Б согласно паспортным данным, должно быть равно $5 \text{ мг Р}^*/\text{мл} \times 2 \text{ мл} = 10 \text{ мг Р}^*$. Поэтому концентрация фосфора в растворе Б будет равна $10 \text{ мг Р}^* : 25 \text{ мл} = 0,4 \text{ мг Р}^*/\text{мл}$.

Итак, в качестве исходного раствора, который должен быть использован для выполнения работы, мы имеем раствор Б, имеющий удельную активность 400 мкК/мл и концентрацию фосфора 0,4 мг Р*/мл.

Предварительные расчеты

Так как нам нужно приготовить 50 мл раствора $\text{KN}_2\text{P}^*\text{O}_4$ с концентрацией меченого фосфора 10 мг Р*/мл, то в мерной колбочке на 50 мл будет: $10 \text{ мг Р}^*/\text{мл} \times 50 \text{ мл} = 500 \text{ мг Р}^*$. Чтобы получить меченый фосфор с заданной удельной активностью 1 мкК/мг Р*, в эту же колбочку, очевидно, нужно внести $500 \text{ мг Р}^* \times 1 \text{ мкК/мг Р}^* = 500$ мкК фосфора-32.

Исходный радиоактивный раствор Б имеет удельную активность 400 мкК/мл и концентрацию фосфора 0,4 мг Р*/мл. Поэтому требуемая активность фосфора-32 500 мкК будет содержаться в $500 \text{ мкК} : 400 \text{ мкК/мл} = 1,25$ мл раствора Б. Если в колбочку на 50 мл мы внесем 1,25 мл радиоактивного раствора, то вместе с этой порцией раствора мы внесем $0,4 \text{ мг Р}^*/\text{мл} \times 1,25 \text{ мл} = 0,5 \text{ мг Р}^*$. Это количество фосфора, вносимого вместе с радиоактивным раствором, очень мало, и им можно пренебречь. Тогда для получения раствора с заданной удельной активностью 1 мкК/мг Р* в колбочку на 50 мл нужно внести 500 мг фосфора-носителя. Это количество фосфора будет содержаться в $136,09 \cdot 0,5/30,975 = 2,2129$ г соли KN_2PO_4 (мол. вес — 136,09, ат. вес фосфора — 30,975).

Итак, если в колбочку на 50 мл мы внесем 1,25 мл радиоактивного раствора Б, 2,2129 г соли KN_2PO_4 и все содержимое разбавим водой, доведя объем раствора до

Таблица 2

Приготовление радиоактивных растворов $\text{KH}_2\text{P}^*\text{O}_4$

Обозначение раствора	Общая активность в мкК	Объем раствора в мл	Удельная активность в мкК/мл	Удельная активность меченого фосфора мкК/мгР*	Общее содержание фосфора в мг	Концентрация фосфора в растворе мг Р*/мл	Способ приготовления
Раствор А (в ампуле)	10000	2	5000	1000	10	5	Получен от поставщика изотопов
Раствор Б	10000	25	400	1000	10	0.4	Весь раствор А разбавлен в 25 мл воды
Раствор В	500	50	10	1	500	10	В 50 мл воды растворено 1,25 мл раствора Б и 2,2129 г KH_2PO_4 (носитель)

метки, то мы получим раствор требуемой удельной активности и концентрации меченого фосфора. Обозначим приготовленный раствор буквой В. Для наглядности в таблице 2 дана характеристика растворов А, Б, и В.

*Определение удельной активности меченого фосфора
счетчиком частиц*

При проведении экспериментов с применением метода меченых атомов, как правило, измерения активности производят в условных единицах, принятых при выбранном методе измерений активности, например, в имп/мин при измерениях счетчиком частиц. Знание же активности меченого элемента в абсолютных единицах кюри необходимо для того, чтобы рассчитать нужные разбавления исходного радиоактивного препарата, а в биологических экспериментах знать уровень активности меченого элемента, вводимого в живой организм с точки зрения радиационной дозировки, и для других целей.

Теперь для приготовленного раствора В определим удельную активность меченого фосфора в имп/мин·мгР*.

Для этого сначала определим удельную активность раствора Б в имп/мин·мл., например, следующим способом.

Из раствора Б нужно взять пробу объемом 0,2 мл, навести ее на дно алюминиевой чашечки и высушить в термостате или под инфракрасной лампой. Активность полученного препарата измеряется счетчиком в заранее выбранных стандартных условиях. Рекомендуется устанавливать такие стандартные условия измерений на счетчике, при которых, с одной стороны, использовалась бы по возможности максимальная эффективность счета и, с другой стороны, скорость счета не превышала бы 3000 имп/мин, так как при этом можно пренебречь просчетами счетчика. Однако при измерении активности препарата в условиях использования высокой эффективности счета может оказаться, что скорость счета будет превышать 3000 имп/мин. В таком случае необходимо произвести соответствующее разбавление исследуемого раствора с тем, чтобы проба 0,2 мл радиоактивного раствора при измерении ее активности давала скорость счета не более 3000 имп/мин. Зная удельную активность исследуемого раствора в мкК/мл и эффективность счета при данных стандартных условиях измерения активности препаратов, можно предварительно рассчитать требуемую степень разбавления.

Пусть измерения активности производятся с помощью

счетчика Т-25-БФЛ и эффективность счета при выбранных стандартных условиях равна 0,07.

Рассчитаем, какая должна быть удельная активность разбавленного раствора, чтобы проба 0,2 мл этого раствора давала скорость счета, например, 2000 имп/мин. Искомая удельная активность разбавленного раствора, взятого для измерения, должна быть равна $2000/0,07 \cdot 2,22 \cdot 10^6 \cdot 0,2 = 0,064$ мкК/мл.

Удельная активность исходного раствора Б равна 400 мкК/мл. Поэтому степень разбавления раствора для получения препарата, дающего скорость счета около 2000 имп/мин, должна быть равна 400 мкК/мл : 0,064 мкК/мл = 6250 раз.

Такое разбавление можно осуществить рядом последовательных разбавлений. Например, взять 0,1 мл исходного раствора Б и перенести в мерную колбочку на 25 мл. Получится разбавление в 250 раз. Если из раствора этой колбочки взять 1 мл и разбавить снова в 25 мл, то мы получим необходимое разбавление $250 \times 25 = 6250$ раз.

Получив такой разбавленный радиоактивный раствор, нужно затем взять из него пробу 0,2 мл и измерить ее активность.

Измерение активности этой пробы, с одной стороны, даст нам возможность рассчитать удельную активность исходного раствора Б в имп/мин·мл и, с другой стороны, оно будет являться контролем правильности паспортных данных.

В самом деле, при заданной эффективности счета, равной 0,07, активность пробы 0,2 мл раствора Б, как это следует из вышеприведенного расчета, должна быть равна в пределах ошибок измерений 2000 имп/мин. Если при измерении получится активность, сильно отличающаяся от этой величины, то это будет служить указанием на ошибочность паспортных данных.

Пусть результаты измерений показали правильность паспортных данных, и активность пробы 0,2 мл разбавленного раствора действительно оказалась равной 2000 имп/мин. Тогда удельная активность исходного раствора Б будет равна $2000 \cdot 6250/0,2 = 6,25 \cdot 10^7$ имп/мин·мл.

Установим для заданной эффективности счета соответствие между единицами мкК и условными единицами имп/мин. Имеем: $1 \text{ мкК} = 6,25 \cdot 10^7/400 = 156\,250$ имп/мин.

Вернемся к характеристике приготовленного раствора В с заданной удельной активностью меченого фосфора. Удельная активность меченого фосфора в этом растворе равна 1 мкК/мгР^* и удельная активность раствора 10 мкК/мл .

Переходя к измерениям активности меченого фосфора в имп/мин, получим величину удельной активности меченого фосфора для приготовленного раствора В, равную $156\,250 \text{ имп/мин-мгР}^*$, и удельную активность раствора, равную $10 \times 156\,250 = 1\,562\,500 \text{ имп/мин-мл}$.

Величина удельной активности меченого элемента в имп/мин-мгХ^* является в методе меченых атомов важной и совершенно необходимой величиной для того, чтобы при обработке экспериментальных данных можно было осуществлять обратный переход от имп/мин к мг меченого элемента.

Здесь рассматривался случай, когда исходный препарат радиоактивного изотопа имел паспортные данные. Но на практике могут быть случаи, когда препарат не имеет таких данных. В таких случаях нужно определить активность препарата, пользуясь методом абсолютных измерений активности (см. практикум по радиометрии). Необходимо также провести количественный химический анализ препарата для определения в нем концентрации данного химического элемента-носителя.

В данной работе вскрытие и разгрузка ампулы с радиоактивным препаратом производиться не будет. Однако будет дан паспорт на препарат фосфора-32 (или другой изотоп) и будет указано, в каком объеме воды растворен этот препарат. Перед выполнением работы нужно подготовить рабочее место за радиохимическим столом (см. практикум по технике защиты).

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой; защитный экран из плексигласа; фарфоровая кружка для отбросов.
2. Мерные колбочки на 25 мл в плексигласовых предохранительных коробках.
3. Микропипетка на 0,2 мл со шприцем.
4. Пинцет.
5. Алюминиевые чашечки для выпаривания проб радиоактивных растворов.

6. Чашка Петри для переноски радиоактивных препаратов.
7. Инфракрасная лампа.
8. Подложка из плексигласа.
9. Счетная установка Б-2.
10. Препарат фосфора-32 или другого изотопа с паспортом (получить у преподавателя или лаборанта).
11. Реактив : соль KH_2PO_4 .

Выполнение работы

1. Подготовить для записи результатов работы таблицу 3.
2. Получить от преподавателя задание на приготовление раствора с заданной удельной активностью и концентрацией меченого элемента.
3. Получить от преподавателя (или лаборанта) мерную колбочку с разбавленным раствором нужного радиоактивного препарата (раствор Б) и паспорт на этот препарат.
4. Ознакомьтесь с паспортом радиоактивного препарата (раствор А), вычислите удельную активность раствора Б на день работы и концентрацию меченого элемента в нем.
5. Рассчитать, какое нужно сделать разбавление раствора Б, чтобы активность пробы 0,2 мл составила примерно 2000 имп/мин в избранных стандартных условиях измерения. Приготовить раствор в соответствии с рассчитанным разбавлением раствора Б.
6. Готовят пять одинаковых препаратов для измерения активности раствора. Для этого микропипеткой наносят в алюминиевые чашечки пробы по 0,2 мл раствора. Пробы высушивают под инфракрасной лампой, и измеряют активность полученных препаратов. Вычисляют среднее арифметическое от измерений активности отдельных препаратов, среднюю квадратичную ошибку результата и среднюю относительную квадратичную ошибку результата.
- Сопоставляя полученный результат измерений с ожидаемым (2000 имп/мин), проверить правильность паспортных данных.
7. Рассчитать, какой объем раствора Б нужно взять для получения раствора В с заданной удельной активностью и каково количество (мг) элемента Х будет в этом объеме. Рассчитать также количество носителя, которое требуется для приготовления раствора с заданной концентрацией меченого элемента.

8. Используя результат измерения активности, выразить удельную активность меченого элемента в растворе В в $\text{имп/мин} \cdot \text{мг} \cdot \text{X}^*$, а удельную активность раствора В в $\text{имп/мин} \cdot \text{мл}$.

9. Приготовить 5 проб раствора В (контрольное измерение); измерить их активность; вычислить среднее арифметическое от измерений активности отдельных препаратов, среднюю квадратичную ошибку результата и среднюю относительную квадратичную ошибку результата.

10. Результаты всех расчетов и измерений записать в таблицу 3, которую дают на проверку преподавателю.

11. Уборку рабочего места производят согласно правил, рассмотренным в практикуме по технике защиты (выпуск IV).

Т а б л и ц а 3

Форма записи результатов работы

Задание

Приготовить раствор с удельной активностью меченого элемента X^* мкК/мгX^* и концентрацией элемента $\text{мгX}^*/\text{мл}$ в объеме мл. Химическое соединение, содержащее меченный элемент X^* :

Паспортные данные для раствора А

Наименование изотопа-индикатора:
Объем раствора в ампуле: мл
Общая активность раствора: мК
Удельная активность раствора: мК/мл
Дата измерения активности препарата:
Концентрация химического элемента X в растворе: . . . мг/мл

Характеристика раствора Б

Дата работы:
Раствор А разбавлен в мл
Удельная активность раствора Б на день работы: . . . мкК/мл
Концентрация химического элемента X в растворе Б: . . мг/мл

Измерение активности растворов Б и В

Дата измерения:
Тип установки: № установки:

Тип счетчика: № счетчика:
 Эффективность счета:
 Степень разбавления раствора Б при измерении его актив-
 ности:
 $V_H = \dots \text{ в; } V_P = \dots \text{ в; } k = \dots$
 Фон счетчика $N_\Phi = \dots \text{ имп/мин.}$

№ пре- пара- та	Объем пробы в мл	Время из- мерения t мин.	Показа- ния счетчика $a (b)$	Число зарегис- тр. им- пульсов $p = ak + b$	Скорость счета $N = p/t$ имп/мин	Активность пробы $N_{пр} = N - N_\Phi$ имп/мин	Расчет ошибок*	
							ϵ_i	ϵ_i^2
						$\bar{N}_{пр} = \dots$	—	$\sigma_p = \dots$

Результаты измерений:

$N_{пр}$ для раствора Б = \pm

$N_{пр}$ для раствора В = \pm

Средняя относительная квадратичная ошибка результата

для раствора Б $\delta_{\sigma_p} = \dots \%$

для раствора В $\delta_{\sigma_p} = \dots \%$

Дальнейшие расчеты

Удельная активность раствора Б имп/мин·мл.

Переход от измерения активности в мкК к измерению в
 имп/мин: 1 мкК изотопа $X_z^m = \dots \text{ имп/мин.}$

Удельная активность заданного раствора В: мкК/мл.

Для получения заданного раствора В взять из раствора Б
 порцию: мл.

Активность этой порции: мкК.

* Теорию расчета ошибок измерений и обозначения в теории ошибок
 см. в практикуме по радиометрии (выпуск I).

Содержание элемента X в этой порции: мгX.
Требуемое количество элемента-носителя для приготовления заданного раствора В: мгX.
Требуемое количество химического соединения, в состав которого должен входить X*: мг.
Удельная активность меченого элемента в растворе В: имп/мин · мг X*.
Удельная активность заданного раствора В: имп/мин · мл.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. И. Спидын, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова. Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, М. 1955.
2. Ан. Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Приселков. Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат, М. 1956.
3. Сборник практических работ по радиохимии. Изд. ЛГУ, 1956.
4. А. И. Бродский. Химия изотопов. Изд. АН СССР, 1957.
5. Использование радиоактивности при химических исследованиях. ИИЛ, М., 1954.
6. Краткая энциклопедия «Атомная энергия». Гос. научн. изд. «Большая советская энциклопедия», М., 1958.
7. А. О. Фурман.—Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуски I, II и III. Изд. ТСХА, 1959, 1960.
8. В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, 1959.
9. И. Е. Старик. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 2
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАДИОХИМИЧЕСКОЙ ЧИСТОТЫ
РАДИОАКТИВНЫХ ПРЕПАРАТОВ**

Введение

Следует различать два вида чистоты радиоактивных препаратов: химическая и радиохимическая чистота.

Для характеристики химической чистоты радиоактивных изотопов используются общепринятые критерии чистоты химических соединений. Поэтому остановимся на понятии радиохимической чистоты.

Радиоактивный изотоп является радиохимически чистым, если он не содержит примесей других радиоактивных изотопов.

В некоторых случаях в экспериментальной работе могут использоваться радиоактивные препараты, состоящие из смеси радиоактивных изотопов данного химического элемента или из смеси радиоактивных изомеров. Такие препараты будут являться радиохимически чистыми, если они не содержат примесей радиоактивных изотопов других химических элементов.

Перечислим кратко основные источники загрязнений радиоактивных препаратов.

Одним из основных источников химической и радиохимической загрязненности радиоактивных препаратов является недостаточная химическая чистота исходных материалов, подвергающихся облучению в ускорителях или в атомных реакторах. При облучении таких недостаточно химически чистых материалов, кроме основного изотопа, могут получиться другие радиоактивные изотопы, отделение которых от основного изотопа бывает иногда нелегким делом. Отсюда и возникает некоторая вероятность загрязнения радиоактивного препарата основного изотопа другими радиоактивными изотопами.

В этой связи нужно подчеркнуть, что требования к химической чистоте облучаемых материалов должны быть исключительно высокими. Однако, каким бы чистым ни был подвергающийся облучению материал, как правило, в процессе ядерного облучения получается не один радиоактивный изотоп, а несколько радиоактивных изотопов. Дело в том, что в качестве материалов для облучения часто берут не чистые химические элементы, а их соединения. Следовательно, в процессе облучения могут получаться радиоактивные изотопы за счет ядерных реакций со всеми изотопами, присутствующими в данном химическом соединении. С другой стороны, даже при облучении чистого химического элемента возможно образование различных радиоактивных изотопов как данного элемента, так и других элементов.

Таким образом, так или иначе возникает **сложная задача разделения изотопов**, выделение из облученных материалов нужных радиоактивных изотопов и очистка их от радиоактивных примесей.

Разделение и очистка радиоактивных изотопов, как правило, ведется химическими методами. Однако не всегда удается получить радиохимически чистые радиоактивные изотопы.

Короче говоря, всегда имеется некоторая вероятность присутствия в радиоактивном препарате радиоактивных примесей. В некоторых случаях они настолько малы, что ими можно пренебречь. Но в некоторых работах требования к радиохимической чистоте могут быть очень высокими.

Наконец, следует указать еще на один своеобразный источник химической и радиохимической загрязненности радиоактивных препаратов.

Известно, что ядерные излучения обладают химическим действием. Проходя через вещество, они способны вызывать разнообразные химические превращения. Свежеприготовленный и поставленный на хранение радиоактивный препарат «самооблучается» ядерным излучением, испускаемым при распаде радиоактивного изотопа. Под действием этого излучения в препарате могут происходить такие химические превращения, в результате которых образуются новые химические соединения, включающие данный радиоактивный изотоп. Химическое соединение радиоактивного изотопа становится, таким образом, химически загрязненным различными новыми соединениями радиоактивного изотопа. Такие явления наблюдаются особенно часто с мечеными органическими соединениями. Так, например, обнаружено, что меченый се-

рой-35 метионин при длительном хранении постепенно обогащается множеством различных других соединений, содержащих серу-35.

Все это говорит о том, что проверка химической и радиохимической чистоты радиоактивных изотопов — важная начальная стадия работы при практическом использовании радиоактивных изотопов.

Можно условно выделить две группы методов определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов: физические и химические. Охарактеризуем кратко каждую из этих групп в отдельности.

Физические методы

В основе физических методов определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов лежит независимость схем и констант радиоактивного распада от внешних условий. Каждый радиоактивный изотоп характеризуется определенным периодом полураспада, схемой распада и энергией излучений.

К физическим методам определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов относятся:

- 1) спектральный анализ радиоактивных излучений,
- 2) анализ кривой радиоактивного распада,
- 3) анализ кривых поглощения радиоактивных излучений (абсорбционный метод).

Точный анализ радиохимической чистоты радиоактивных изотопов, идентификация радиоактивных примесей могут быть проведены с помощью спектрального анализа радиоактивных излучений, испускаемых исследуемым радиоактивным препаратом. Сюда относится определение состава и энергии радиоактивного излучения. Однако этот метод не всегда может быть использован, так как для его применения необходима сложная физическая аппаратура (амплитудные анализаторы ядерных излучений). Наиболее часто в лабораторной практике используются методы анализа кривой радиоактивного распада и анализа кривых поглощения радиоактивных излучений.

Метод анализа кривой радиоактивного распада основан на том, что каждый радиоактивный изотоп (или радиоактивный изомер) однозначно характеризуется определенным значением постоянной распада (λ) или периода полураспада ($T_{1/2}$). Согласно этому методу измеряют активность исследуе-

мого препарата во времени и строят график зависимости «логарифм активности—время»*. Если радиоактивный изотоп, содержащийся в исследуемом препарате является радиохимически чистым, то, как это вытекает из экспоненциального характера закона радиоактивного распада, должна получиться линейная зависимость логарифма активности от времени распада. В этом случае график зависимости $\lg A = f(t)$ даст возможность произвести идентификацию радиоактивного изотопа путем определения по графику периода полураспада $T_{1/2}$. В пределах точности измерений экспериментальное значение периода полураспада должно совпасть с табличным его значением. Если же радиоактивный изотоп не является радиохимически чистым, то график радиоактивного распада в полулогарифмических координатах уже не будет представлять собой прямую линию. Графический анализ полученной кривой даст возможность определить состав и количество радиоактивного загрязнения.

Рассмотренный метод имеет, однако, ограничения, заключающиеся в том, что с его помощью можно практически производить анализ радиоактивных изотопов лишь с периодами полураспада примерно от десятков минут до нескольких суток. Очень короткоживущие и долгоживущие радиоактивные изотопы таким методом анализировать нецелесообразно. Кроме того, этим методом практически невозможно идентифицировать радиоактивные изотопы с близкими периодами полураспада, отличающимися друг от друга менее чем на 50%.

Остановимся более подробно на методе анализа кривых поглощения радиоактивных излучений, или абсорбционном методе.

Поглощение радиоактивных излучений, как известно, зависит от типа и состава излучений, их энергии, а также от некоторых свойств поглощающей среды. Для данного излучения и для данного поглощающего вещества кривая поглощения, отражающая зависимость интенсивности проходящего через вещество излучения от толщины слоя вещества, есть определенная характерная кривая. По кривым поглощения можно определить ряд важных физических параметров, характеризующих как свойства самого излучения (состав и энергия излучений), так и свойства поглощающего вещества (масса, плотность и т. д.).

* См. работу № 8 в практикуме по радиометрии (выпуск II).

Абсорбционный метод является одним из методов определения состава и энергии радиоактивных излучений. Но этот же метод может быть использован не только для идентификации радиохимически чистых радиоактивных изотопов, но и для определения радиохимической чистоты препаратов, идентификации радиоактивных загрязнений.

Рассмотрим условия, при которых целесообразно применение абсорбционного метода при определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

Пусть для исследования взят радиоактивный препарат, в котором имеется смесь двух радиоактивных изотопов, испускающих бета-лучи с простыми спектрами, но с резко различной максимальной энергией (мягкие и жесткие бета-лучи).

Как известно, поглощение бета-лучей может быть **приближенно** описано экспоненциальным уравнением:

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad (9)$$

где I_0 — начальная интенсивность излучения, I — интенсивность излучения после его прохождения через слой вещества, d — толщина слоя в г/см², μ — массовый коэффициент поглощения в см²/г. Так как при регистрации излучения счетчиком частиц интенсивность излучения пропорциональна скорости счета, то величины интенсивности излучения в формуле (9) могут быть заменены скоростями счета:

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad (9')$$

Массовый коэффициент поглощения μ есть определенная константа для данного бета-излучения с простым спектром. Следовательно, массовый коэффициент поглощения μ будет однозначно характеризовать данный бета-радиоактивный изотоп.

Если радиоактивный препарат содержит только один радиоизотоп, испускающий бета-лучи с простым спектром, то зависимость логарифма скорости счета $\lg N$ от толщины слоя d должна изображаться в полулогарифмических координатах приблизительно прямой линией (см. практикум по радиометрии выпуск II). Если же радиоактивный препарат содержит два радиоактивных изотопа с простыми бета-спектрами, но с различными максимальными энергиями, следовательно, и различными пробегами бета-лучей, то вид графика зависимости $\lg N$ от d будет иным: получится кривая, представленная в качестве примера на рис. 1.

К такого рода кривой можно применить методы графического анализа, применяемые при анализе сложных кривых радиоактивного распада смеси двух изотопов (см. практикум по радиометрии, выпуск II). Разложение кривой 1—2 на две составляющие можно произвести следующим образом. Обозначим через N_1 скорость счета, обусловленную регистрацией счетчиком мягкого бета-излучения, а через N_2 — жесткого бета-излучения. Так как мы имеем смесь двух изотопов, то счетчик регистрирует суммарное излучение, и кривая 1—2 выражает зависимость $\lg(N_1 + N_2)$ от толщины слоя поглотителя d . Однако мягкое бета-излучение при некоторой толщине

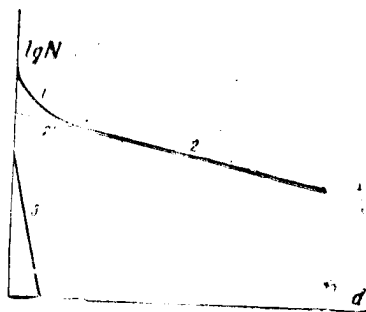


Рис. 1

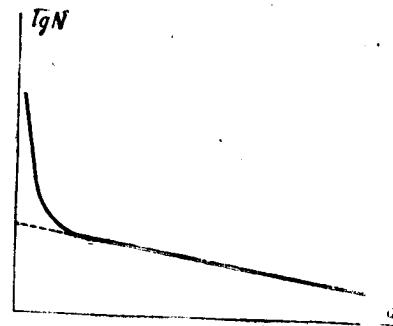


Рис. 2

поглотителя будет полностью поглощено и дальнейший ход поглощения бета-излучения будет соответствовать поглощению только жесткого бета-излучения. Таким образом линейный участок 2 на графике выражает зависимость $\lg N_2$ от d . Если проэкстраполировать этот линейный участок до пересечения с осью ординат, то мы получим участок 2', который будет отражать ход поглощения жесткой компоненты. Определяя по точкам участка 2' $\lg N_1$, а по логарифму значения скорости счета N_1 для разных толщин d и зная экспериментальные значения суммарной скорости счета $N = N_1 + N_2$ для участка 1, мы по разности определяем скорость счета $N_1 = N - N_2$. Откладывая на том же графике $\lg N_1$, как функцию толщины поглотителя d , мы получим график поглощения мягкого бета-излучения (на рис. 1 линия 3). По наклону прямых 2'—2 и 3 можно определить коэффициенты поглощения μ или величины слоев поглотения d для бета-излучения каждого изотопа. Сравнивая

полученные данные со справочными, можно идентифицировать изотопы, содержащиеся в испытуемом радиоактивном препарате.

Применение абсорбционного метода в анализе радиохимической чистоты радиоактивных изотопов целесообразно лишь в тех случаях, когда изотопы, находящиеся в смеси, испускают излучения с резко различной проникающей способностью (мягкое и жесткое излучение) и когда в качестве примеси содержится изотоп, испускающий жесткое излучение. Если в смеси в качестве примеси находится изотоп, испускающий мягкое излучение, то трудно определять на фоне относительно большой интенсивности жестких лучей малую интенсивность мягких лучей. В этом случае абсорбционный метод применять нецелесообразно.

Другое дело, когда радиоактивный препарат содержит радионуклид, испускающий мягкие лучи, а в качестве примеси содержится изотоп, испускающий жесткие лучи. В этом случае можно приготовить препарат с высокой активностью, так чтобы абсолютное содержание примеси было достаточно для обнаружения ее с помощью счетчика частиц. Кривая поглощения излучения в полулогарифмических координатах в этом случае должна иметь вид, показанный на рис. 2. Эта кривая характеризуется резко ниспадающей частью кривой, отражающей поглощение мягкого излучения основного изотопа, и значительно менее резкой линейной частью кривой поглощения, отражающей поглощение жесткого излучения изотопа-примеси. Так как для анализа взят препарат с большой активностью, то при измерении активности этого препарата должна получиться очень большая скорость счета. Для того, чтобы не допустить этого, рекомендуется снимать кривую поглощения излучения, начиная с больших толщин поглощающего вещества и постепенно переходя к малым толщинам.

Нужно иметь в виду, что главная задача в данном случае заключается в идентификации радиоактивной примеси. Поэтому кривую поглощения можно полностью и не снимать, а определить лишь главным образом ход поглощения жесткой компоненты и частично мягкой компоненты, не допуская при этом очень высоких скоростей счета.

По прямолинейному участку кривой поглощения можно определить пробег или слой полупоглощения жестких бета-лучей и затем идентифицировать радиоактивный изотоп-примесь.

Экстраполируя линейный участок кривой поглощения до

пересечения с осью ординат, мы сможем получить величину активности изотопа-примеси в исследуемом радиоактивном препарате. Далее, зная эффективность счета для излучения изотопа-примеси, можно затем рассчитать удельную активность и относительное содержание изотопа-примеси в исходном радиоактивном препарате.

Из сказанного вытекает, что эффективность абсорбционного метода при определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов с простым мягким бета-излучением может быть очень высокой, если в качестве примесей содержатся изотопы, испускающие жесткое бета-излучение.

УПРАЖНЕНИЕ 1

Определение радиохимической чистоты радиоактивного изотопа серы-35 с помощью абсорбционного метода

Пусть для работы взят препарат изотопа серы-35, и нам необходимо определить его радиохимическую чистоту. Возможность загрязнения препарата серы-35 другими радиоактивными изотопами вытекает из рассмотрения ядерных реакций, использующихся для получения серы-35. При этом необходимо иметь в виду, что при облучении материалов, как правило, одновременно происходит несколько ядерных реакций с образованием различных радиоактивных изотопов.

Так, например, при облучении серы нейтронами идут реакции $S^{32}(n,p)P^{32}$ и $S^{34}(n,\gamma)S^{35}$, при облучении хлора нейтронами идут реакции $Cl^{35}(n,\alpha)P^{32}$ и $Cl(n,p)S^{35}$, при облучении серы дейтронами идут реакции $S^{34}(d,\alpha)P^{32}$ и $S^{34}(d,p)S^{35}$. Все эти реакции в принципе могут быть использованы для получения как фосфора-32, так и серы-35.

Для получения этих изотопов в радиохимически чистом виде необходимо осуществлять их разделение. Но степень разделения и очистки изотопов может быть разной.

Для того, чтобы убедиться в радиохимической чистоте препаратов фосфора-32 или серы-35, предназначенных для биологических и других экспериментов, следует проверить их радиохимическую чистоту.

Из рассмотрения ядерных реакций получения серы-35 вытекает, что в качестве одного из возможных радиоактивных изотопов-примеси к сере-35 является изотоп фосфора-32.

Изотопы серы-35 и фосфора-32 испускают бета-лучи с простым бета-спектром и резко различной максимальной энергией (для бета-лучей фосфора-32 $E_m = 1,708$ Мэв и

$R_m = 780 \text{ мгAl/см}^2$, для бета-лучей серы-35 $E_m = 0,169 \text{ Мэв}$,
 $R_m = 21 \text{ мгAl/см}^2$).

Поэтому в данном случае целесообразно применить абсорбционный метод для определения радиохимической чистоты препарата серы-35, подозревая в нем присутствие примеси изотопа фосфора-32, как изотопа, испускающего жесткие бета-лучи.

Оборудование и реактивы

1. Чашечки из алюминиевой фольги для приготовления радиоактивных препаратов.
2. Микропипетки.
3. Набор пластинок из алюминия для поглощения излучения толщиной 100 мг/см^2 и $10\text{—}25 \text{ мг/см}^2$.
4. Счетная установка Б-2 (желательно со свинцовым домиком).
5. Инфракрасная лампа для сушки (или термостат).
6. Препарат изотопа серы-35 с удельной активностью около 10 мкК/мл с примесью фосфора-32 около $0,1 \text{ мкК/мл}$.

Выполнение работы

1. В центр алюминиевой чашечки наносят $0,1 \text{ мл}$ раствора исследуемого препарата серы-35. Высушивают раствор на чашечке досуха под инфракрасной лампой (или в термостате).

2. Полученный радиоактивный препарат в алюминиевой чашечке с помощью плексигласовой подложки устанавливают на 3-ей позиции под торцовым счетчиком.

3. Вначале помещают между окном счетчика и препаратом столько алюминиевых пластинок, чтобы общая толщина поглощающего излучение фильтра составила около 800 мг/см^2 . Записывают в таблицу 4 показания счетчика при измерении интенсивности проходящего через фильтр излучения. Снять одну пластинку и вновь измерить интенсивность проходящего через фильтр излучения. Такие измерения производят до тех пор, пока толщина фильтра не станет около 100 мг/см^2 . Затем помещают пачку пластинок общей толщиной около 100 мг/см^2 и по $10\text{—}20 \text{ мг/см}^2$ каждая. Измеряют интенсивность проходящего излучения через интервалы $10\text{—}20 \text{ мг/см}^2$, постепенно снимая пластинку за пластинкой.

Измерения производят до тех пор, пока скорость счета не

Таблица 4

**Получение кривой поглощения излучения препарата
серы-35**

Дата измерений:

Тип установки: № установки:

Тип счетчика: № счетчика:

 $V_H = \dots \text{в}; V_P = \dots \text{в}; k = \dots$ Разрешающее время установки $\tau = \dots \text{сек.}$ Фон счетчика $N_\Phi = \dots \text{имп/мин.}$

№№ п/п.	Толщина слоя d в мг/см^2	Время измерения t мин.	Показания счетчика a (b)	Число зарегистри- рованных импульсов $p = ak + b$ имп.	Скорость счета $N = \frac{p}{t}$ имп/мин.	Поправка на мертвое время K_τ	Скорость счета исправленная на мертвое время $N_0 = NK_\tau$ имп/мин.	Скорость счета исправленная на фон $I = N_0 - N_\Phi$ имп/мин.
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
11								
12								

превысит 10 000 имп/мин. Все результаты измерений записывают в таблицу 4.

У к а з а н и е: Измерение активности рекомендуется вести со статистической ошибкой 1% (см. работу № 7 в практикуме по радиометрии выпуск 1).

4. По результатам измерений строят в полулогарифмических координатах кривую поглощения излучения. Если в излучении препарата серы-35 будет обнаружена жесткая компонента, то нужно определить, какому изотопу она принадлежит. Для этого линейную часть кривой поглощения для жесткой компоненты экстраполируют до пересечения с осью ординат.

По полученной прямой линии определяют максимальный пробег и слой полупоглощения для жесткой компоненты излучения, и по этим показателям идентифицируют изотоп-примесь. Далее по отсеченному на оси ординат отрезку (см. рис. 2.) определяют удельную активность изотопа-примеси в анализируемом препарате серы-35 в имп/мин·мл и в мкК/мл, а также рассчитывают относительное загрязнение анализируемого препарата, выражая его в $\frac{\text{мкК примеси}}{\text{мкК основного изотопа}} \cdot 100\%$

Результаты расчетов записывают в таблицу 5.

Таблица 5

Форма записи результатов анализа кривой поглощения

Удельная активность анализируемого препарата серы-35 (по паспорту): мкК/мл. Экспериментальные значения пробега и слоя полупоглощения излучения изотопа-примеси: $R_m =$ мг/см², $d_{1/2} =$ мг/см².

Результат идентификации изотопа примеси: обнаружена примесь изотопа , табличные значения $R_m =$ мг/см²; $d_{1/2} =$ мг/см².

Эффективность счета для излучения обнаруженного изотопа-примеси:

Удельная активность примеси в препарате:

$a =$ имп/мин·мл. $=$ мкК/мл.

Относительное загрязнение:

$\frac{\text{мкК примеси}}{\text{мкК основного изотопа}} \cdot 100\% =$ %.

Химические методы

К химическим методам определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов относятся все известные препаративные методы разделения и выделения химических элементов: экстракция, соосаждение, отгонка, выщелачивание, адсорбция, электролиз, хроматография и многие другие.

Химические методы анализа радиохимической чистоты в сочетании с физическими методами нашли широкое применение в радиохимии. Это объясняется тем, что с помощью химических методов можно не только обнаружить радиоактивную примесь, но также и препаративно очистить анализируемый препарат от примеси. В этом состоит главное преимущество химических методов по сравнению с физическими методами, рассмотренными выше.

Химические методы разделения смесей веществ в зависимости от техники их осуществления могут быть условно разбиты на две группы: **статические и динамические методы.**

В статических методах применяется операция перемешивания реагентов гомогенных систем или различных фаз гетерогенных систем. Это перемешивание продолжается до тех пор, пока не установится в системе термодинамическое равновесие. Поэтому эти методы и называются статическими. Существенным недостатком статических методов является то, что в силу законов равновесия разделение смесей никогда не может быть полным. Для более или менее надежного разделения смеси нужно проводить избранную операцию не один раз, а многократно, например, многократно переосаждать, многократно экстрагировать и т. д.

В динамических методах разделение смесей веществ осуществляется при направленном движении смеси через экстрагирующие жидкости, сорбенты и различные реагенты. Важным преимуществом динамических методов по сравнению со статическими методами является то, что в динамических условиях направленного движения смеси статические процессы распределения веществ между различными фазами или различными реагентами осуществляются **многократно автоматически.**

Подсчеты показывают, что эффективность работы, например, ректификационных и сорбционных колонок соответствует десяткам, сотням и даже тысячам отдельных операций в статических методах.

Одним из динамических методов разделения смесей веществ является **хроматографический метод.**

Хроматографический метод был разработан в 1903 году русским ученым М. С. Цветом. В настоящее время этот метод является одним из главных методов химии, в том числе и радиохимии.

Основы хроматографического метода подробно излагаются в курсе лекций. В связи с тем, что хроматографический метод широко используется в практике работы с радиоактивными изотопами в биологии и сельском хозяйстве, а два следующих упражнения практикума посвящены применению хроматографического метода к определению радиохимической чистоты радиоактивных препаратов, приведем ряд определений понятий и терминов современной хроматографии.

Основной принцип хроматографии: любая жидкая или газообразная смесь веществ разделяются на составные компоненты в процессе движения ее через дисперсный материал, если существуют различия в сорбционном взаимодействии компонентов смеси с этим материалом.

Сорбция (сорбционное взаимодействие) — процесс взаимодействия веществ на границе раздела фаз, приводящий к определенному распределению веществ между двумя фазами.

С точки зрения рассмотрения пространственного распределения сорбируемых веществ можно указать два типа сорбции: **адсорбция и абсорбция.**

Адсорбция — сорбционный процесс, при котором сорбируемые вещества концентрируются только на границе раздела (поверхности) фаз.

Абсорбция — сорбционный процесс, при котором сорбируемые вещества распределяются во всем объеме соприкасающихся фаз.

Сорбент — материал, сорбирующий вещества.

На границе раздела фаз могут действовать два основных вида сил атомно-молекулярного взаимодействия: **молекулярные силы (ван-дер-ваальсовская связь) и химические силы (ионная и ковалентная связь).** В соответствии с природой сил атомно-молекулярного взаимодействия можно выделить три основных вида сорбции: **молекулярная сорбция, ионная сорбция и ковалентная сорбция.** Ионная и ковалентная сорбции могут быть объединены одним общим термином химической сорбции.

Постановка сорбционных опытов или техническое использование сорбции осуществляются в двух основных вариантах: **статическая сорбция и динамическая сорбция.**

Статическая сорбция (статика сорбции) — сорбционный

процесс, протекающий при механическом перемешивании двух несмешивающихся фаз и завершающийся установлением сорбционного равновесия между соприкасающимися фазами.

Динамическая сорбция (динамика сорбции) — сорбционный процесс, осуществляющийся в условиях направленного относительного движения двух соприкасающихся фаз, например, при фильтрации жидкостей или газов через слой пористого материала. Отсюда вытекает, что хроматографический метод разделения смесей веществ основан именно на явлении динамической сорбции веществ.

Сорбируемость — величина, характеризующая прочность связи данного вещества с данным сорбентом. Сорбируемость может измеряться или энергией сорбционного взаимодействия или величиной термодинамической константы в уравнении изотермы сорбции (распределения).

Сорбционный ряд — ряд веществ, расположенных в порядке уменьшения их сорбируемости на данном сорбенте.

Хроматографическая колонка — слой сорбента, который используется для хроматографического разделения смеси веществ.

Хроматограмма — серия зон веществ, распределенных по длине хроматографической колонки в направлении потока в порядке уменьшения их сорбируемости.

В основу классификации видов хроматографии можно положить различные признаки. Наиболее правильно классифицировать виды хроматографии по типам сорбционного взаимодействия. В соответствии с этим признаком можно указать три основных вида хроматографии: **молекулярную, ионную и ковалентную**. Последние два вида хроматографии могут быть объединены общим названием **химической хроматографии**.

Адсорбционная хроматография — разновидность хроматографии, в которой используются явления адсорбции.

Абсорбционная хроматография — разновидность хроматографии, в которой используются явления абсорбции.

Осадочная хроматография — разновидность хроматографии, в которой используется явление образования в хроматографической колонке осадков. Образование осадков есть крайний случай взаимодействия соприкасающихся фаз, при котором происходит образование новых труднорастворимых фаз (осадков).

В молекулярной хроматографии могут быть указаны

следующие разновидности: **адсорбционная хроматография** (классический метод М. С. Цвета), **абсорбционная хроматография** (распределительная хроматография — распределение между двумя жидкими несмешивающимися фазами), **осадочная хроматография** (выпадение молекулярных осадков).

В ионной хроматографии могут быть выделены следующие разновидности: **ионообменная хроматография**, **осадочная хроматография ионов**.

Для целей хроматографического разделения смесей веществ особенно перспективно использование специфических (избирательных) химических реакций, связанных с проявлением ковалентных сил (активированная адсорбция, комплексообразование и др.).

В зависимости от того, какая фаза в хроматографической колонке является подвижной фазой, можно различить **жидкостную хроматографию** и **газовую хроматографию**.

Хроматографирование — приемы практического осуществления хроматографического разделения смесей веществ.

Существует три основных способа хроматографирования: получение первичной (фронтальной) хроматограммы, промывание и вытеснение.

Получение первичной (фронтальной) хроматограммы — фильтрация исходной смеси веществ через хроматографическую колонку, в результате чего происходит частичное или полное разделение смеси веществ. Хроматографический анализ смеси веществ, основанный на способе получения первичной хроматограммы, называется **фронтальным анализом** или **фронтальной хроматографией**.

Промывание — пропускание через колонку растворителя после предварительного введения в колонку порции исходной смеси веществ. Хроматографическое разделение смеси веществ, основанное на способе промывания, называется **промывательной** или **элютивной хроматографией**.

Вытеснение — пропускание через колонку раствора десорбирующего вещества (вытеснителя) после предварительного введения в колонку порции исходной смеси веществ. Хроматографическое разделение смесей веществ, основанное на применении способа вытеснения, называется **вытеснительным анализом** или **вытеснительной хроматографией**.

На течение хроматографического процесса можно оказывать активное воздействие дополнительными химическими или физическими средствами. К химическим средствам относится, например, промывание колонки раствором комплек-

ксообразователя, дающего с разделяемыми соединениями растворимые комплексы различной устойчивости. К физическим способам воздействия на хроматографический процесс относится применение температурного поля (термохроматография), электрического поля (электрохроматография), магнитного поля (магнетохроматография).

В зависимости от технического оформления хроматографического опыта различают следующие разновидности хроматографии: **колоночная хроматография** и **бумажная хроматография** (одномерная, двумерная, круговая и т. д.).

Колоночная хроматография — хроматографическое разделение смесей веществ на колонках пористых сорбентов.

Бумажная хроматография — хроматографическое разделение смесей веществ на полосах или листах фильтровальной бумаги.

Для качественного и количественного анализа хроматограмм могут быть использованы любые подходящие методы химического и физического анализа.

Проявление — процесс выявления невидимых бесцветных хроматографических зон путем обработки хроматограмм химическими реактивами, дающими реакции окрашивания с анализируемыми веществами.

Анализ неокрашенных хроматограмм можно производить с помощью физических методов: измерение диэлектрической постоянной слоев колонки с помощью радиотехнических схем, облучение хроматограмм ультрафиолетовым светом, рентгеновскими лучами. Для анализа хроматограмм могут быть использованы методы количественного химического анализа, а также различные физические приборы — колориметры, рефрактометры, спектрофотометры, интерферометры, кондуктометрические приборы и т. д.

При сочетании метода хроматографии с другими физическими методами возникают новые комплексные методы. К таким комплексным методам относятся, например, методы **полярохроматографии** (сочетание полярографии с хроматографией) и **радиохроматографии**. Такие комплексные методы особенно эффективны, так как в них сочетаются преимущества нескольких методов и вместе с тем исключаются некоторые недостатки, присущие каждому из методов в отдельности.

Радиохроматограмма — хроматограмма меченых (радиоактивных) веществ. Анализ радиохроматограмм может производиться методами радиоавтографии и радиометрии.

Применение радиохроматографического метода в определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов заключается в хроматографировании радиоактивного препарата и последующем анализе полученной радиохроматограммы методами радиоавтографии и радиометрии. Для хроматографирования радиоактивных препаратов могут быть использованы любые подходящие разновидности хроматографического метода, указанные выше.

В данной работе предлагается выполнить два упражнения на применение радиохроматографического метода в определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

УПРАЖНЕНИЕ 2

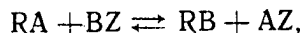
Определение примесей радиоактивных металлов в препарате радиоактивного изотопа фосфора-32 методом колоночной радиохроматографии

При получении фосфора-32 или серы-35 часто в качестве материалов для ядерного облучения используют соединения с металлами, например, NaCl , KCl , RbCl , $\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$, FeCl_3 , FeP , FeS и другие. Кроме того, в облучаемых материалах могут в виде примесей находиться и другие металлы. Например, соединения железа могут быть загрязнены примесью кобальта и т. д.

Одним из эффективных методов удаления радиоактивных примесей, содержащихся в растворах в ионной форме, является метод ионообменной хроматографии.

В качестве ионообменных сорбентов широко используются ионообменные смолы, являющиеся синтетическими ионогенными пространственными полимерами.

В молекулярной сетке таких полимеров содержатся обменные ионы, которые могут вступать в реакции ионного обмена в растворах электролитов:



где R—символическое обозначение ионогенного радикала смолы, A и B—обменивающиеся ионы, Z—катионный или анионный остаток в зависимости от того, обмениваются ли катионы или анионы.

Ионообменные сорбенты, обменивающие катионы, часто сокращенно называют **катионитами**, а обменивающие анионы — **анионитами**.

Для поглощения катионов металлов необходимо использовать катиониты. Так, например, для того, чтобы очистить раствор от радиоактивных катионов металлов, нужно пропустить раствор через колонку катионита. Такая колонка должна сорбировать радиоактивные катионы металлов.

Колонки катионитов или анионитов могут быть использованы и для определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

При использовании колонок ионообменных сорбентов для удаления из раствора тех или иных радиоактивных компонентов нужно, однако, хорошо знать возможный химизм процессов, происходящих в ионообменной колонке. При пропускании различных растворов через колонки ионообменных сорбентов нужно быть уверенным в том, что компонент, удаление которого предполагается произвести, действительно находится в исходном растворе в **нужной ионной форме**.

Дело в том, что часто металлы в зависимости от состава и pH раствора могут быть не только в форме простых свободных катионов, но и давать комплексные соединения с различными, знаком и величиной заряда. Так, например, железо дает железо-фосфатные комплексы, которые, будучи электроотрицательными, не будут сорбироваться в колонке катионита. С другой стороны, и некоторые кислоты могут давать комплексные соединения различного состава и различной зарядности. Кроме того, в ионообменных колонках непосредственно в процессе хроматографирования могут создаваться такие условия, при которых будут протекать помимо ионообменной сорбции также и различные другие побочные физико-химические процессы — образование осадков, комплексообразование и другие.

Так, например, при избытке в растворе гидроксильных ионов в ионообменной колонке возможно выпадение осадка гидроокиси железа, а если в растворе присутствуют фосфат-ионы, то и образование осадка фосфата железа.

При разработке рациональных схем разделения веществ хроматографическим методом необходим предварительный всесторонний анализ химизма возможных процессов.

В данном упражнении для опыта будет дан препарат фосфора-32 с примесью кобальта-60. Задача будет заключаться в том, чтобы с помощью катионитовой колонки обнаружить примесь кобальта-60, отделить ее от радиоактивного фосфора-32 и определить относительную загрязненность препарата фосфора-32.

В качестве катионита будет использована катионообменная смола КУ-2, являющаяся сильнокислотным катионитом. Смола должна быть приготовлена в Н-форме. Это значит, что обменным ионом, находящимся в смоле, является ион H^+ . При пропускании раствора электролита через колонку такой смолы катионы будут поглощаться в обмен на ион водорода.

Предварительными опытами установлено, что кобальт в присутствии фосфорной кислоты находится в форме простого катиона Co^{++} и никакие другие побочные процессы, кроме ионного обмена $H^+ \rightleftharpoons Co^{++}$ в катионитовой колонке не идут. Колонка катионита будет полностью сорбировать содержащиеся в растворе фосфорной кислоты ионы кобальта.

Сущность методики отделения кобальта от фосфата будет заключаться в следующем.

Сначала нужно будет приготовить колонку смолы КУ-2 в Н-форме. Для опыта берут такое количество смолы, чтобы ее емкость поглощения значительно превышала количество примесей, наличие которых предполагается в радиоактивном препарате. Рекомендуются приготовить смолу, имеющую зернение в пределах 0,1—0,25 мм. Насыщение смолы ионом водорода производится путем фильтрации через колонку смолы раствора кислоты, например, HCl . Избыток HCl затем удаляется промыванием колонки дистиллированной водой.

После того, как колонка готова к работе, через нее пропускают исследуемый радиоактивный раствор. Далее колонку промывают водой для удаления из нее остатков раствора. Если в исследуемом препарате была примесь радиоактивных катионов металлов и в колонке осуществлялась только простая реакция ионного обмена, то в верхних слоях колонки должна образоваться радиоактивная зона сорбированных радиоактивных катионов. Обнаружить эту зону можно с помощью торцового счетчика-щупа с диафрагмой в виде щели (см. рис. 3).

Торцовые счетчики-щупы, предназначенные для изучения распределения радиоактивных веществ в хроматографических колонках, снабжаются набором диафрагм из различных материалов (плексиглас, алюминий, свинец и др.), с различной шириной щели и с различной толщиной поглощающего слоя. Выбор тех или иных диафрагм диктуется условиями опыта, типом регистрируемого излучения, уровнем активности и т. д. Кроме того, такие счетчики-щупы снабжаются набором отдельных пластинок-поглотителей для закрывания щели

диафрагмы с помощью которых также можно регулировать скорость счета счетчика, поглощать отдельные компоненты ядерного излучения.

На рис. 4 схематически показано расположение счетчика-щупа и хроматографической колонки в процессе изучения распределения радиоактивных веществ в колонке.

Недостатком такого способа изучения распределения радиоактивных веществ в хроматографических колонках является то, что с помощью счетчика-щупа можно обнаружить

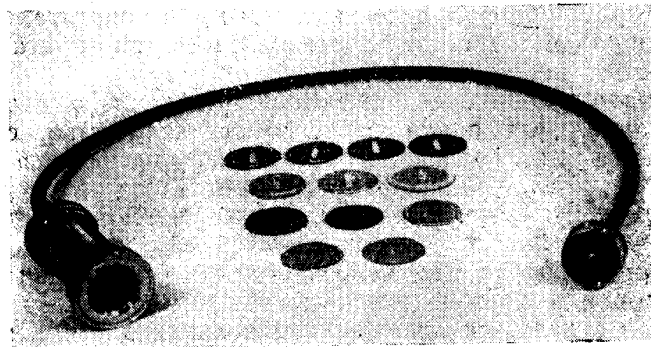


Рис. 3. Торцовый счетчик-щуп с набором диафрагм и пластинок-поглотителей.

только изотопы, испускающие жесткое проникающее излучение.

Для более полного определения сорбированных в колонке примесей можно произвести их вытеснение из колонки в фильтрат, а затем измерить активность полученного радиоактивного фильтрата обычным способом. Но полное вытеснение сорбированных примесей не всегда удастся произвести, так как некоторые вещества настолько прочно сорбируются, что для их полного вытеснения необходимо пропускать значительные объемы раствора вытеснителя.

Можно пойти и другим путем — произвести сухое или мокрое озоление смолы, сорбировавшей радиоактивные примеси, и определить активность золы или раствора золы. При известной стандартизации измерений можно произвести и прямое определение активности предварительно высушенной радиоактивной смолы.

Для определения радиохимической чистоты препарата фосфора-32 можно применить также и колонку анионита. При пропускании исследуемого радиоактивного раствора через колонку анионита в ней будут сорбироваться фосфат-ионы, а катионы останутся в фильтрате.

В качестве анионита может быть использована смола ЭДЭ-10, являющаяся сильноосновным анионитом.

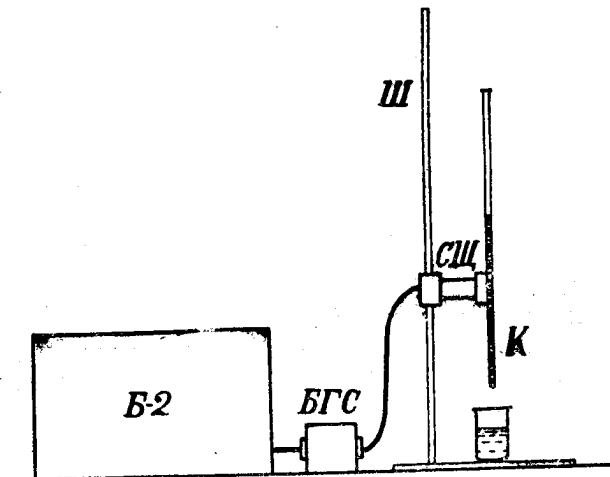


Рис. 4. Схема расположения счетчика-щупа и хроматографической колонки в процессе изучения распределения радиоактивных веществ в колонке. Обозначения: Б-2—счетная установка, БГС—входной блок, Ш—штатив, СЩ—счетчик-щуп, К—хроматографическая колонка.

Количество смолы берется такое, чтобы полностью был поглощен колонкой смолы радиоактивный фосфат.

Предварительно колонку насыщают ионом гидроксидов для получения смолы в ОН-форме. Для этого через колонку пропускают раствор NaOH, а затем колонку промывают водой для удаления остатков раствора.

При пропускании раствора фосфата через ОН-обменную колонку анионита будет происходить сорбция фосфат-ионов в обмен на ионы гидроксидов.

Итак, если через ОН-обменную колонку анионита пропустить раствор радиоактивного фосфата, загрязненного радиоизотопами в катионной форме, а затем колонку промыть водой, то в колонке будут задержаны радиоактивные фосфат-ионы, а в фильтрат перейдут радиоактивные вещества в ка-

тионной форме, например, ионы радиоактивного кобальта Co^{++} .

С помощью счетчика определяют удельную активность собранного фильтрата, и потом рассчитывают удельную активность радиоактивной примеси в исследуемом препарате фосфора-32.

В упражнении 2 будут использованы для определения радиохимической чистоты препарата фосфора-32 колонка катионита и колонка анионита.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой; свинцовый защитный экран; фарфоровая кружка для отбросов*.
2. Пипетки на 0,2 мл, 1 мл, 10 мл; шприц.
3. Штативы.
4. Стекланные трубки диаметром 5—6 мм и длиной 25 см.
5. Маленькие конические воронки.
6. Стаканчики на 50 мл.
7. Мерные колбочки на 25 мл.
8. Пробирки градуированные и неградуированные.
9. Стекланные чашечки для нанесения проб радиоактивных растворов.
10. Торцовый счетчик-щуп с набором диафрагм и пластинок поглотителей излучений.
11. Счетная установка Б-2.
12. Препараты фосфора-32 и кобальта-60 с паспортами. В качестве исследуемого раствора приготовить раствор следующего состава: 0,1 н $\text{H}_3\text{P}^*\text{O}_4$ с удельной активностью 1—10 мкК P^{32} /мл и 0,001—0,0001 н Co^*Cl_2 с удельной активностью около 0,1 мкК Co^{60} /мл.
13. Ионообменные смолы КУ-2 и ЭДЭ-10 с зернением 0,10—0,25 мм.
14. Растворы: 1 н HCl и 1 н NaOH .

Выполнение работы

А. Работа с колонкой катионита

1. Подготовить колонку катионита к опыту. Для этого взять стеклannую трубку диаметром 5—6 мм и длиной 25 см с оплавленным концом, вставить в этот конец трубки малень-

* В работе используется изотоп кобальт-60, испускающий гамма-лучи. Необходимо применять соответствующие меры защиты при работе с гамма-излучающими изотопами.

кий томпон из ваты, надеть на другой конец трубки с помощью резиновой трубки маленькую коническую воронку, установить трубку в штативе. Взять навеску 1,5 г воздушно-сухой смолы КУ-2, поместить ее в пробирку и залить 10 мл 1 н HCl, пробирку закрыть резиновой пробкой и взболтать суспензию смолы.

Под стеклянную трубку поставить стаканчик для собирания фильтрата. Стеклянную трубку и воронку заполнить раствором 1н HCl и затем сразу после этого перенести в воронку взболтанную суспензию смолы из пробирки. Смола начнет оседать и одновременно через нее будет фильтроваться раствор HCl, насыщая смолу ионом водорода. После того, как раствор кислоты будет отфильтрован, через колонку пропустить 10 мл воды.

2. Ввести в колонку 1 мл исследуемого радиоактивного раствора. С помощью счетчика-щупа исследовать распределение активности вдоль колонки. Для этого нанести тушью на стекле по длине слоя колонки деления через каждые 0,5 см, а затем измерить счетчиком-щупом активность каждого слоя колонки.

Указание. Пользуясь набором различных диафрагм к счетчику-щупу, необходимо в соответствии с конкретными условиями измерений подобрать нужную диафрагму. При этом иметь в виду, что фосфор-32 испускает жесткое бета-излучение с энергией $E_m=1,7$ Мэв, а кобальт-60 — сравнительно мягкое бета-излучение $E_m=0,306$ Мэв и жесткое гамма-излучение с энергией $E_1=1,17$ Мэв и $E_2=1,33$ Мэв.

Часть излучения будет поглощаться в слое смолы и слое стекла трубки. Рекомендуется брать диафрагму с наименьшей шириной щели и с наибольшей толщиной экранирующего слоя. Чем меньше ширина щели диафрагмы и больше толщина самой диафрагмы, тем уже пучок излучения, вырезаемый диафрагмой и тем точнее определяется активность в данном слое колонки. Если скорость счета окажется очень большой (>30000 имп/мин) и ее не удастся уменьшить с помощью подбора нужной диафрагмы, то для уменьшения скорости счета и поглощения (частичного или полного) бета-излучения фосфора-32, следует закрыть щель пластинкой-поглотителем. Толщину пластинки взять такой, чтобы скорость счета не превышала 30 000 имп/мин. Результаты измерений записывают в таблицу 6.

3. Промыть колонку 10 мл воды. Вновь с помощью счетчика-щупа исследовать распределение активности вдоль

колонки. Результаты измерений записать также в таблицу 6. Если после промывания в верхних слоях колонки будет обнаружена активность, то это будет свидетельствовать о том, что примесь радиоактивного кобальта-60 задержана колонкой катионита и тем самым отделена от фосфора-32.

4. По результатам измерений построить кривую первичного распределения активности колонки $A_1=f(L)$ и распределения активности после промывания колонки $A_2=f(L)$.

5. Смолу из стеклянной трубки перенести в колбу Кьельдаля и произвести мокрое сжигание смолы.

Затем определяют активность раствора, полученного после сжигания радиоактивной смолы и рассчитывают относительную загрязненность препарата фосфора-32.

Примечание. При недостатке времени п. 5 можно не выполнять.

Методика мокрого сжигания смолы:* 1 г смолы помещают в колбу Кьельдаля емкостью 30—50 мл и заливают 20 мл концентрированной серной кислоты. При медленном нагревании (обязательно под тягой) наблюдается обугливание смолы. После кипячения в течение 5 минут получается черная суспензия. После этого в кипящую суспензию добавляют по каплям 10 мл концентрированной азотной кислоты со скоростью 1 мл/мин. Начинается выделение паров окиси азота. В процессе дальнейшего кипячения содержимое колбы начинает постепенно светлеть. После добавления последних капель азотной кислоты кипятят еще 5 минут до получения совершенно прозрачного раствора. Раствор затем переносят количественно в мерную колбочку, доводят водой до метки, и определяют его удельную активность известным способом.

* Дается в расчете на 1 г сухой смолы.

Распределение активности вдоль колонок катионита и анионита

Дата измерений:	Тип установовки:	№ установовки:
Тип счетчика:	№ счетчика:	$V_H = \dots \dots \dots v; V_p = \dots \dots \dots v;$
$k = \dots \dots \dots$	$N_\Phi = \dots \dots \dots$	

Время каждого измерения $t=1$ мин. Обозначения в таблице: см. таблицу 4.

[illegible]

1. Измерение удельной активности растворов

Фон счетчика $N_{\Phi} = \dots$ ИМП/МИН.

Разбавление:	Разбавление:
Удельная активность исследуемого раствора:	Удельная активность фильтрата:
. имп/мин · мл имп/мин · мл

$$\frac{\text{общая активность фильтрата}}{\text{общая активность введенного раствора}} \times 100\% = \dots \%$$

Б. Работа с колонкой анионита

1. Подготовить колонку анионита к опыту. Способ подготовки колонки аналогичен предыдущему. Для опыта взять навеску 1,5 г воздушно-сухой смолы ЭДЭ-10. Насыщение смолы гидроксил-ионом произвести из раствора 1 н NaOH.

2. Ввести в колонку 1 мл исследуемого радиоактивного раствора. С помощью счетчика-щупа исследовать первичное распределение активности вдоль колонки. Результаты измерений записать в таблицу 6.

3. Промыть колонку 10 мл воды, собирая фильтрат в отдельную мерную пробирку или мерную колбочку. Вновь исследовать счетчиком-щупом распределение активности вдоль колонки. Результаты измерений записать в таблицу 6.

4. Построить графики первичного распределения активности и распределения активности после промывания вдоль колонки: $A=f(L)$. Меченые фосфат-ионы должны полностью сорбироваться колонкой анионита, что и должны показать полученные графики распределения активности в колонке.

5. Измерить удельные активности исследуемого радиоактивного раствора и фильтрата после промывания. Для этого, сделав необходимые разбавления исследуемого раствора (см. работу № 1 данного практикума), приготовить такой раствор, чтобы нанесенная в стеклянную чашечку радиоактивная проба давала в выбранных условиях измерения на счетчике скорость счета не более 3000 имп/мин. Препараты готовят в 3—5-кратной повторности. Окончательный результат выводят как среднее арифметическое из результатов измерений отдельных проб.

После измерения удельных активностей растворов рассчитать относительное загрязнение препарата фосфора-32. Результаты измерений и расчетов записывают в таблицу 7.

УПРАЖНЕНИЕ 3

Определение радиохимической чистоты препарата радиоактивного изотопа железа-59 методом бумажной радиохроматографии

Очень тонким и эффективным методом анализа радиохимической чистоты радиоактивных препаратов является метод бумажной радиохроматографии.

Методика получения бумажных хроматограмм в принципе состоит в следующем.

Капля исследуемой смеси веществ наносится, отступая несколько от края, на один из концов листа или полосы фильтровальной бумаги. Далее, край листа бумаги опускается в растворитель. В процессе капиллярного движения растворителя по бумаге будет происходить хроматографическое разделение смеси веществ. Если разделяемые вещества являются радиоактивными, то после хроматографирования смеси веществ и высушивания бумаги можно с помощью счетчика, радиометрически, или с помощью рентгеновской пленки, радиоавтографически, изучать распределение радиоактивных веществ в хроматограмме.

Существует ряд методических разновидностей бумажной хроматографии: одномерная, двумерная, круговая, секторно-одномерная и другие. В одномерной хроматографии пробу ис-

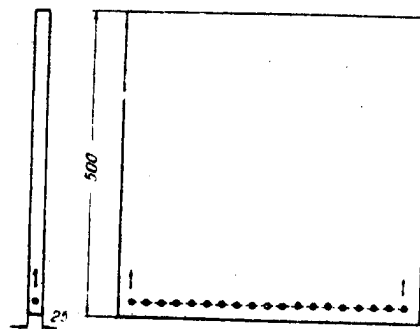


Рис. 5. Форма полос или листов бумаги при одновременной хроматографии. Черные кружки—места нанесения проб. Стрелками указано направление движения растворителя. Размеры указаны в мм.

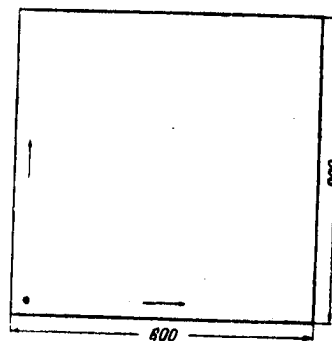
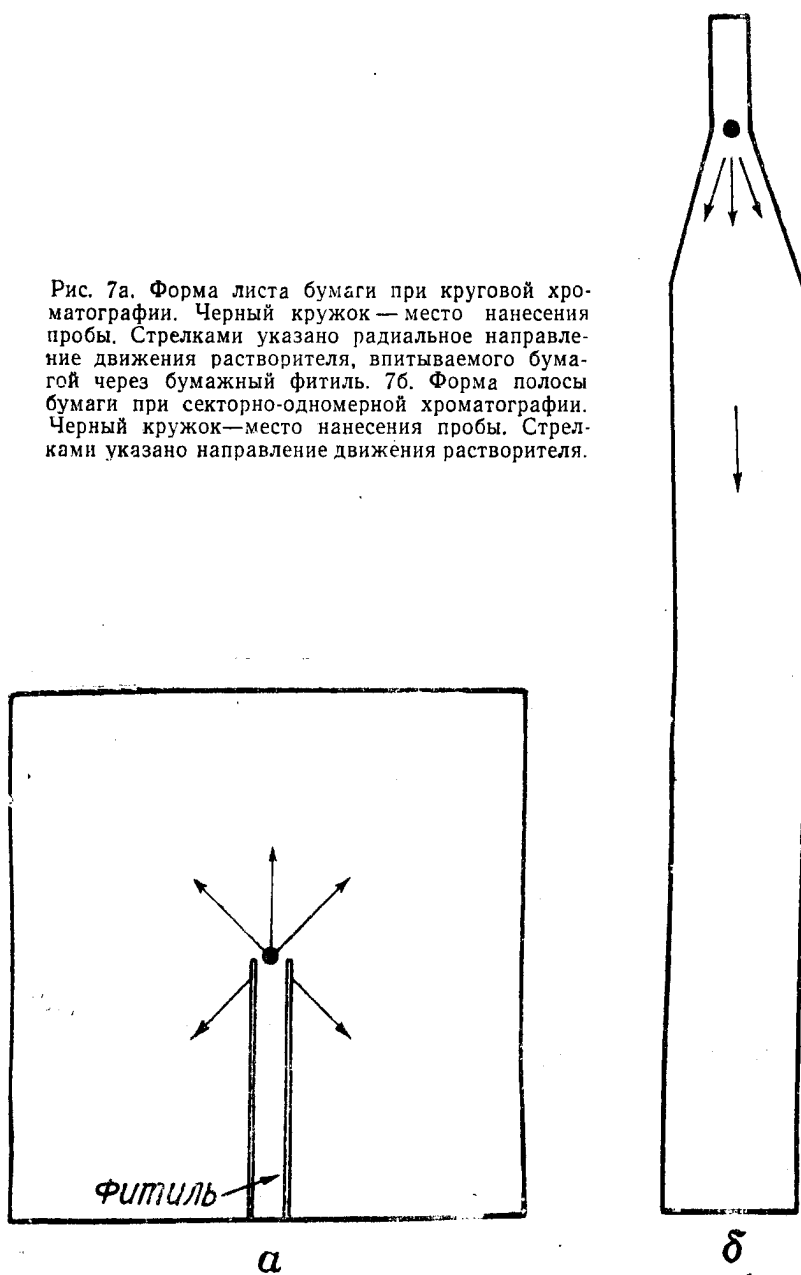


Рис. 6. Форма листа бумаги при двумерной хроматографии. Черный кружок—место нанесения пробы. Стрелками указано направление движения растворителей. Размеры указаны в мм.

следуемой смеси наносят на отдельную полосу, а если имеется много проб и «свидетелей» (чистых известных соединений), то их наносят в ряд на лист бумаги (рис. 5). Для разделения применяют один растворитель, движущийся в одном направлении (направление растворителя на рис. 5 указано стрелкой).

В двумерной хроматографии проба смеси веществ наносится на одном из углов листа бумаги. Сначала хроматографирование пробы ведется одним растворителем в одном направлении, а затем после высушивания лист бумаги переворачивается на 90°, и хроматографирование ведется другим рас-

Рис. 7а. Форма листа бумаги при круговой хроматографии. Черный кружок — место нанесения пробы. Стрелками указано радиальное направление движения растворителя, впитываемого бумагой через бумажный фитиль. 7б. Форма полосы бумаги при секторно-одномерной хроматографии. Черный кружок — место нанесения пробы. Стрелками указано направление движения растворителя.



творителем в другом, перпендикулярном к предыдущему направлению (рис. 6).

Одним из недостатков одномерной и двумерной хроматографии является диффузное расширение зон отдельных соединений и, как следствие этого, перекрытие зон и плохое их разделение. Этот недостаток устраняется в методике круговой и секторной хроматографии.

В круговой хроматографии в листке фильтровальной бумаги вырезается узкая полоска («хвостик»-фитиль). Проба наносится с основания выреза, как показано на рис. 7а, «хвостик» опускается в растворитель, и по нему растворитель впитывается листом бумаги. Фронт растворителя при этом растекается по бумаге радиально (рис. 7а). В процессе такого хроматографирования происходит также радиальное движение зон разделяемых веществ. Зоны получают форму расширяющихся окружностей или дуг. Так как количества разделяемых веществ постоянны, а длина окружностей или дуг постепенно увеличивается, то происходит постепенное сокращение ширины зон. Зоны получают узкими, а это ведет к более четкому и эффективному разделению смеси веществ.

В секторно-одномерной хроматографии комбинируется способ круговой (секторной) хроматографии с одномерной (рис. 7б). Для хроматографического анализа используют специальную фильтровальную бумагу, выпускаемую нашей бумажной промышленностью.

Чтобы предотвратить испарение растворителя при движении его по бумаге, процесс хроматографирования приходится проводить в герметических камерах.

Каждое соединение на листе бумаги будет иметь в данных условиях (растворители, температура) строго определенное место, определяемое его физико-химическими свойствами. Положение каждого соединения на бумажной хроматограмме может характеризоваться коэффициентом движения R_F :

$$R_F = \frac{\text{скорость движения зоны данного соединения}}{\text{скорость движения фронта растворителя}} \quad (10)$$

Согласно теории хроматографии:

$$R_F = \frac{h}{1+h} \quad (11)$$

где h — распределительное отношение, численно равное отношению количеств вещества в подвижной фазе к количеству

вещества в неподвижной фазе. В адсорбционной хроматографии распределительное отношение h равно отношению количеств вещества в растворе к количеству вещества в адсорбированном состоянии. В распределительной (абсорбционной) хроматографии величина h равна отношению количеств вещества в подвижном и неподвижном двух несмешивающихся растворителях. В этом случае:

$$h = \frac{V_{\text{п}} \cdot C_{\text{п}}}{V_{\text{н}} \cdot C_{\text{н}}} = \frac{V_{\text{п}}}{V_{\text{н}}} \cdot \alpha \quad (12)$$

где $V_{\text{п}}$ и $V_{\text{н}}$ — объемы подвижной и неподвижной фаз соответственно, $C_{\text{п}}$ и $C_{\text{н}}$ — концентрации веществ в подвижной и неподвижной фазах соответственно, $\alpha = C_{\text{п}}/C_{\text{н}}$ — коэффициент распределения, зависящий от растворимости веществ в двух несмешивающихся фазах.

Для расшифровки бумажных хроматограмм могут быть использованы следующие показатели: коэффициенты R_F , визуальное сопоставление хроматограмм неизвестных веществ с хроматограммами известных веществ (способ «свидетелей»), специфическая окраска зон при проявлении, специ-

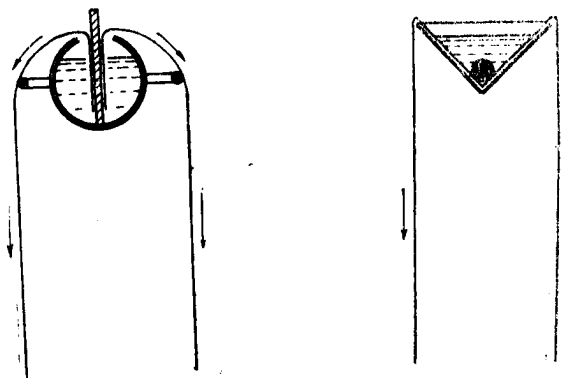


Рис. 8. Желобки для растворителей при проведении хроматографирования способом нисходящего потока. Слева — желобок из молибденового стекла (в разрезе). Справа — желобок из нержавеющей стали (в разрезе).

фический свет люминесценции в ультрафиолетовых лучах и многие другие.

Радиоактивные зоны на бумажной хроматограмме, как уже отмечалось, легко обнаруживаются радиометрическим или радиоавтографическим способом.



Рис. 9. Камера для проведения хроматографирования способом нисходящего потока. В качестве камеры используется вегетационный сосуд. В камере установлен стеклянный желобок. Сверху сосуд закрывается стеклом.

В данном упражнении поставлена задача применить метод бумажной радиохроматографии к определению радиохимической чистоты радиоактивного железа-59.

В качестве камер для хроматографии могут быть использованы большие вегетационные сосуды, цилиндры, аквариумы и т. д.

Поток растворителя по бумаге может быть восходящим или нисходящим. При способе восходящего потока растворитель может быть налит прямо на дно стеклянного сосуда или в отдельный сосуд, который ставится на дно камеры. При способе нисходящего потока растворитель наливается в специальные желобки из стекла или нержавеющей стали (рис. 8).

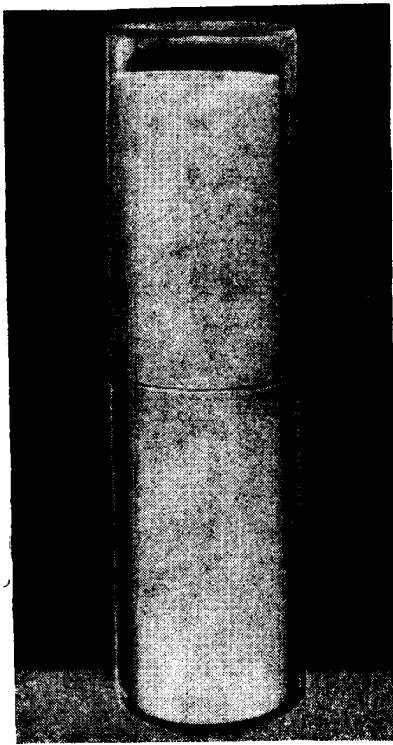


Рис. 10. Камера для получения одномерных и двумерных хроматграмм способом восходящего потока. В качестве камеры использованы два вегетационных сосуда. Растворитель наливается на дно нижнего сосуда. Лист бумаги сворачивается в виде цилиндра, который ставится в растворитель. Сверху бумажный цилиндр закрывается вторым сосудом. Место соединения сосудов замазывается пластилином.

На рис. 9—11 показано несколько образцов различных камер для хроматографирования.

Круговые хроматограммы получают, используя чашки Петри (рис. 12), кристаллизаторы (рис. 13) или другие приспособления.

Высушивание листов фильтровальной бумаги после хроматографирования производится под тягой при комнатной температуре или в сушильных шкафах.

Для проявления зон бесцветных веществ нужно провести операцию проявления хроматограммы. Для этого лист бумаги, на котором содержится хроматограмма, опрыскивается из стеклянного пульверизатора (рис. 14) реактивом, дающим реакцию окрашивания с исследуемыми соединениями.

Возможность загрязнения препарата железа-59 другими радиоактивными изотопами вытекает из следующего.

Во-первых, природное железо состоит из нескольких изотопов (Fe^{54} , Fe^{56} , Fe^{57} , Fe^{58}). Поэтому при облучении при-

родного железа с различными изотопами могут происходить различные ядерные реакции.

Во-вторых, препараты железа, идущие на облучение, могут иметь примеси кобальта, никеля и других сопутствующих трудноотделимых примесей. При облучении примесей частицами также могут идти различные ядерные реакции, ве-

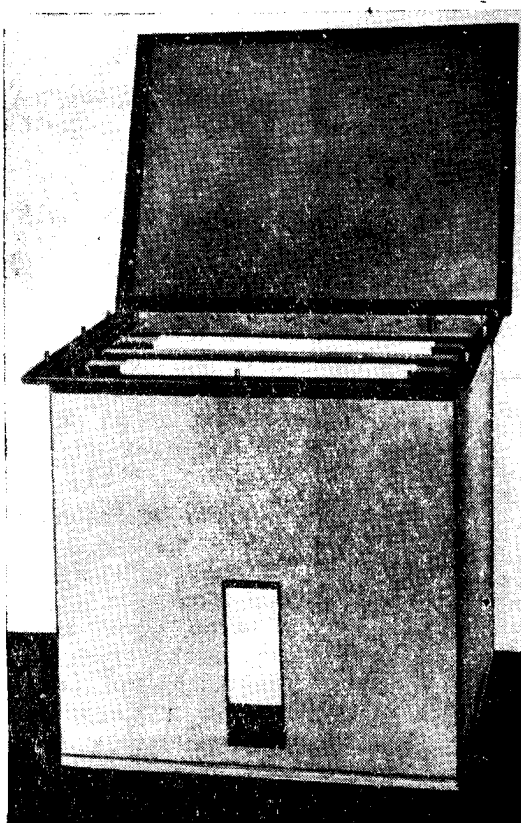


Рис. 11. Большая хроматографическая камера из нержавеющей стали для получения одномерных и двумерных хроматограмм способом нисходящего потока. В верхней части камеры установлены желобки из нержавеющей стали. Сверху камера герметически закрывается крышкой. Для наблюдения за фронтом растворителя в стенке камеры имеется смотровое окно.

дущие к образованию радиоактивных изотопов. В качестве примера, иллюстрирующего сказанное, можно привести следующие ядерные реакции с нейтронами: $\text{Fe}^{58}(\text{n}, \gamma)\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{n}, \text{p})\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{n}, \gamma)\text{Co}^{60}$, или реакции с дейтеронами: $\text{Fe}^{58}(\text{d}, \text{p})\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{d}, 2\text{p})\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{d}, \text{p})\text{Co}^{60}$, $\text{Co}^{59}(\text{d}, 2\text{n})\text{Ni}^{59}$.

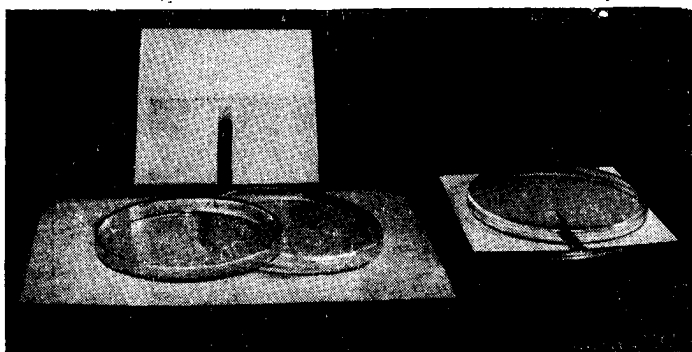


Рис. 12. Получение малых круговых хроматограмм. Используются чашки Петри.

Из рассмотрения этих реакций вытекает возможность загрязнения препарата железа-59 долгоживущими изотопами Ni^{59} и Co^{60} . Выход реакции образования Ni^{59} очень мал, поэтому его присутствие в препарате железа-59 мало вероят-

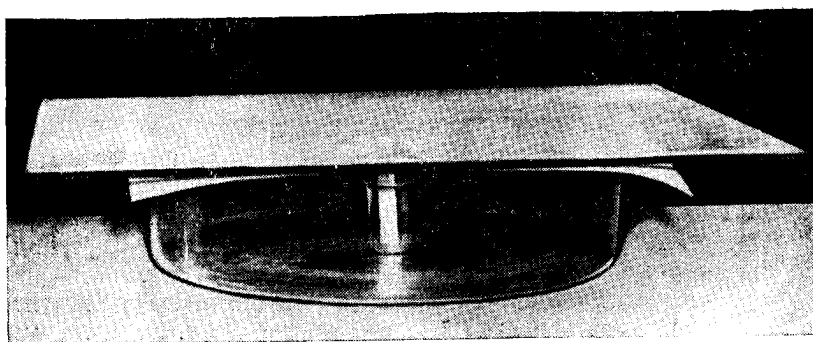


Рис. 13. Получение больших круговых хроматограмм. Используется большой кристаллизатор. Фитиль опускается в стаканчик с растворителем.

но. Наиболее вероятно присутствие в препарате железа-59 радиоактивного изотопа Co^{60} , так как кобальт используется для получения железа-59 по реакциям $\text{Co}^{59}(\text{n},\text{p})\text{Fe}^{59}$ или $\text{Co}^{59}(\text{d},2\text{p})\text{Fe}^{59}$, для которых есть конкурирующие реакции $\text{Co}^{59}(\text{n},\gamma)\text{Co}^{60}$ и $\text{Co}^{59}(\text{d},\text{p})\text{Co}^{60}$.

Сущность методики определения радиохимической чистоты препарата железа-59 бумажной радиохроматографией заключается в следующем.

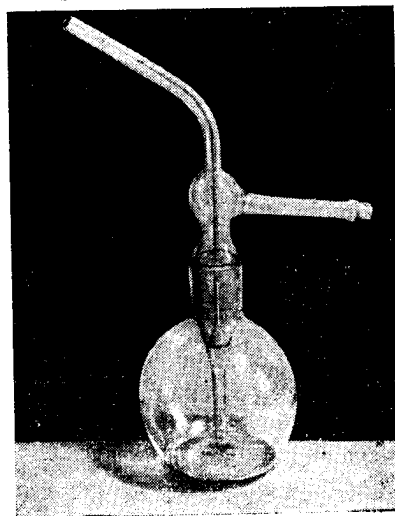


Рис. 14. Стеклоанный пульверизатор для проявления бумажных хроматограмм.

Проба исследуемого препарата железа-59 объемом 0,01 мл наносится на хроматографическую бумагу и подвергается хроматографированию специально подобранным растворителем. После окончания хроматографирования бумагу высушивают и кладут на рентгеновскую пленку для получения радиоавтографа с бумажной радиохроматограммой.

Если препарат железа-59 является радиохимически чистым то должна получиться одна радиоактивная зона. Если же он загрязнен другими радиоактивными примесями, то на бумаге должно образоваться несколько зон.

Идентификация зон хроматограммы может быть осуществ-

влена методом свидетелей. Так как мы подозреваем присутствие в препарате железа-59 изотопов Ni^{59} и Co^{60} , то в качестве свидетелей нужно взять катионы никеля и кобальта. Для этого необходимо предварительно определить положение этих катионов на хроматограмме при совместном их хроматографировании с катионом железа.

При очень низких концентрациях нельзя обнаружить зоны этих катионов даже путем проявления хроматограммы реактивами, дающими высокочувствительные реакции окрашивания.

Поэтому для более точной идентификации радиоактивных зон на бумажной радиохроматограмме целесообразно добавить к анализируемому препарату некоторое количество носителей тех катионов, присутствие которых подозревается. Полученную хроматограмму проявляют соответствующими реактивами. Сопоставляя радиоавтограф и бумажную хроматограмму, проявленную химическими реагентами, можно точно определить радиоактивные примеси. Так как методом бумажной хроматографии может быть осуществлено полное разделение всех компонентов, содержащихся в анализируемом препарате, то далее можно определить и количество каждого компонента в отдельности. С помощью счетчика определяется активность каждой радиоактивной зоны. А это дает возможность определить относительное загрязнение препарата каждым радиоактивным изотопом-примесью.

Из всего сказанного вытекает, что методика бумажной радиохроматографии имеет ряд несомненных достоинств по сравнению с другими методами определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

Оборудование, материалы и реактивы

1. Чашки Петри.
2. Прибор для получения хроматограмм по способу нисходящего потока (см. рис. 9).
3. Микropипетки. Стекланные палочки.
4. Стекланный пульверизатор.
5. Кассеты для рентгеновских пленок*.

* Нужно иметь оборудованную фотокомнату.

6. Счетчик-щуп с набором диафрагм.
7. Хроматографическая бумага и ножницы.
8. Рентгеновские пленки**.
9. Препарат радиоактивного изотопа железа-59 в соединении FeCl_3 с удельной активностью 1 мкК/мл (для исследования).
10. Соли $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ и CoSO_4 — используются в качестве носителей.
11. Растворитель для хроматографирования следующего состава (в объемных процентах): н-бутиловый спирт (бутанол) -40, ацетон-30, соляная кислота (уд. вес 1,19 г/см³) -20, вода-10.
12. Насыщенный раствор роданистого аммония в ацетоне — используется для проявления на бумаге зон железа и кобальта.
13. 1% раствор диметилглиоксима в NH_4OH (25%) — используется для проявления зоны никеля.

Выполнение работы

1. Вырезать из хроматографической бумаги несколько квадратных листков по образцу на рис. 7а для получения круговых хроматограмм и несколько полос по образцу на рис. 7б для получения секторно-одномерных хроматограмм.
2. Для хроматографирования взять два радиоактивных раствора: первый — исходный раствор FeCl_3 , второй — исходный раствор FeCl_3 с добавкой носителей. Для получения второго раствора к исходному раствору FeCl_3 добавить по 10 мг солей $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ и CoSO_4 в расчете на 1 мл раствора. Целесообразно приготовить небольшое количество этого раствора, например, 1—2 мл.
3. Нанести с помощью микропипетки на подготовленные листки хроматографической бумаги (места нанесения указаны на рис. 7а и 7б) пробы радиоактивных растворов объемом по 0,01 мл. Подсушить на воздухе нанесенные пробы раствора.
4. Налить на дно чашек Петри по 20 мл растворителя для хроматографирования. Квадратные листки положить на чашку Петри, опустив в растворитель фитиль и закрыть чашки такими же чашками. Хроматографирование продолжается около 2 часов. За это время фронт растворителя на бумаге дойдет до края чашки.

** Указания по хранению и обработке рентгеновских пленок прилагаются к их упаковке.

5. Подготовить к опыту прибор для получения нисходящих хроматограмм (см. рис. 9). Установить в верхней части цилиндрического (вегетационного) сосуда ванночку — желобок. Налить в нее 10 мл растворителя для хроматографирования. Поместить в желобок вырезанный фигурный конец полосы бумаги, закрепив его в ванночке с помощью предметного стекла. На дно сосуда следует также налить несколько мл растворителя с тем, чтобы пространство сосуда-камеры было насыщено парами растворителя. Закрыть сосуд сверху стеклом. Для герметизации камеры место соединения стекла и сосуда замазать пластилином или вазелином.

Хроматографирование продолжается 12—15 часов. За это время фронт растворителя должен пройти расстояние около 25 см.

6. После окончания хроматографирования листки и полосы высушивают под тягой на воздухе, а затем кладут в кассеты с рентгеновской пленкой. Закладка хроматограмм в кассеты с рентгеновской пленкой производится в фотокомнате. Экспозиция бумажных радиохроматограмм на рентгеновской пленке — 20 часов.

7. Приготовить проявитель и закрепитель. Проявить рентгеновские пленки. Эта операция также проводится в фотокомнате. После того, как пленки будут хорошо промыты водой, высушить их на воздухе.

8. Проявить бумажные хроматограммы химическими реактивами. Для этого хроматограммы закрепляются кнопками на деревянной рамке и опрыскиваются из пульверизатора сначала насыщенным раствором роданистого аммония в ацетоне, который проявляет зоны железа и кобальта: зона железа будет иметь красно-бурый цвет, кобальта — голубой.

Зона никеля должна находиться под зоной кобальта, но она не проявляется роданистым аммонием. После подсушивания бумаги осторожно обрабатывают хроматограмму под голубой зоной кобальта аммиачным раствором диметилглиоксима, применяя для этого кисточку или стеклянную палочку. Проявленная зона никеля будет иметь светло-розовую окраску.

9. Подсушив проявленные хроматограммы, сопоставляют их с радиоавтографами, и этим самым выясняют состав радиоактивных примесей.

10. Определить коэффициенты R_F для ионов железа, никеля и кобальта.

11. Провести радиометрическое исследование одной из

секторноодномерных хроматограмм (лучше взять непроявленную хроматограмму). Вдоль полоски нанести деления через каждые 0,5 см и далее с помощью счетчика-щупа с диафрагмой 0,5 см исследовать распределение радиоактивности вдоль полоски. По результатам измерений построить график распределения радиоактивных веществ вдоль полоски бумаги. Определить общие активности каждой зоны. Вычислить суммарную активность всех зон, а затем рассчитать относительное загрязнение для каждого обнаруженного радиоактивного изотопа-примеси.

Предлагается самим составить форму записи результатов данного упражнения.

Запись результатов радиометрического исследования бумажных хроматограмм можно производить по форме таблицы 6.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г. Сиборг, И. Перлман, Дж. Холлендер. Таблица изотопов, ИИЛ, М., 1956.
2. Ан. Н. Несмеянов, А. В. Лапицкий, Н. П. Руденко — Получение радиоактивных изотопов. Госхимиздат, М., 1954.
3. С. Е. Бреслер. Радиоактивные элементы. ГИТТЛ, М., 1957.
4. Краткая энциклопедия «Атомная энергия». Гос. научн. изд. «Большая советская энциклопедия», М., 1958.
5. Ан. Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Приселков. Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат, М., 1956.
6. В. И. Спицын, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова. Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1955.
7. Сборник практических работ по радиохимии. Изд. ЛГУ, 1956.
8. А. О. Фурман. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуски I, II и III. Изд. ТСХА, М., 1959, 1960.
9. В. В. Рачинский, А. Г. Трешов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, М., 1959.
10. М. С. Цвет. Хроматографический адсорбционный анализ. Избранные работы. Изд. АН СССР, 1946.
11. В. В. Рачинский и Т. Б. Гапон. Хроматография в биологии. Изд. АН СССР, 1953.
12. Хроматографический метод разделения ионов. Сб. статей. ИИЛ, 1949.
13. О. Самуэльсон. Применение ионного обмена в аналитической химии. ИИЛ, 1955.
14. С. Комар. Радиоактивные изотопы в биологии и сельском хозяйстве. ИИЛ, 1957.
15. С. Аронзон. Изотопные методы в биохимии. ИИЛ, 1959.
16. И. Е. Старик. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 3

МЕТОД ИЗОТОПНОГО РАЗВЕДЕНИЯ

Введение

При проведении химических анализов часто возникает задача определения абсолютного количества вещества, входящего в состав сложной многокомпонентной системы.

Однако решение такой задачи с помощью классических методов химического анализа, как правило, сопряжено со значительными трудностями при разделении смеси веществ и количественном выделении в чистом виде определяемого вещества. Следует отметить также, что не всегда удается выделить индивидуальное вещество из сложной смеси, не разрушив его. Это имеет место, например, при анализе многих органических соединений в биохимических исследованиях.

При решении указанной выше задачи иногда целесообразно применять метод изотопного разведения. Рассмотрим сущность этого метода.

Пусть в анализируемом растворе в смеси с другими веществами содержится интересующее нас вещество. Вес этого вещества P_x является неизвестной величиной и его нужно определить. Для проведения анализа приготовим пробу стандартного раствора того же самого чистого вещества, помеченного соответствующим радиоактивным изотопом. Пусть общая активность этого раствора равна A , а вес меченого вещества P_0 . Тогда удельная активность меченого вещества в стандартном растворе будет $a_0 = \frac{A}{P_0}$.

Если приготовленную пробу стандартного раствора смешать с анализируемым раствором, то произойдет «изотопное разведение» радиоактивного индикатора, так как к носителю с весом P_0 в стандартном растворе прибавится носитель с весом P_x в анализируемом растворе. Но общая активность смешанных растворов останется прежней, равной A .

Поэтому мы имеем:

$$A = P_0 a_0 = (P_0 + P_x) a \quad (13)$$

где a — удельная активность меченого вещества после смешения растворов.

Из уравнения (13) получаем следующую формулу для определения неизвестной величины P_x :

$$P_x = P_0 \left(\frac{a_0}{a} - 1 \right) \quad (14)$$

Таким образом, весь анализ сводится к определению удельных активностей a_0 и a .

Преимущество метода изотопного разведения по сравнению с другими методами заключается в том, что для определения удельной активности вещества достаточно выделить с помощью любого подходящего способа только часть определяемого вещества, а не все вещество полностью.

Метод изотопного разведения особенно ценен, когда в анализируемой смеси присутствуют вещества, близкие по своим свойствам к определяемому, например, элементы-химические аналоги, редкие земли, органические соединения, составляющие гомологические ряды и т. д.

Метод изотопного разведения может использоваться в биохимии, агрохимии и почвоведении при анализе растительных вытяжек, почвенных растворов и т. п.

УПРАЖНЕНИЕ

Количественное определение йода методом изотопного разведения

В данном упражнении ставится задача количественного определения йода в присутствии иона хлора. В качестве радиоактивного индикатора используется изотоп йода-131.

Выделение йода из раствора производится методом осаждения (осадитель — AgNO_3). Если осаждение йода производить при недостатке осадителя, то вследствие резких различий в произведениях растворимостей осадков AgI и AgCl (произведения растворимостей равны $1,5 \cdot 10^{-16}$ и $1,6 \cdot 10^{-10}$ соответственно), из раствора будет выделяться только осадок AgI .

Для того, чтобы полностью исключить какое-либо осаждение хлора при осаждении йода, рекомендуется добавление

аммиака, так как в его присутствии AgCl растворяется с образованием растворимого аммиачного комплекса $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$, в то время как AgJ в избытке аммиака нерастворим. Константа нестойкости аммиачного комплекса на много порядков выше произведения растворимости AgJ . Поэтому в при-

сутствии ионов йода концентрация этого комплекса будет ничтожно мала, и практически все серебро будет связано с эквивалентным количеством йода, образуя осадок AgJ .

Из сказанного ясно, что в данном примере мы как раз имеем дело со случаем, когда по условиям анализа из раствора выделяют только часть анализируемого вещества.

Сущность опыта будет заключаться в следующем.

Приготавливают титрованный раствор йодистого натрия с заданной удельной активностью меченого йода. Берут порцию этого раствора и смешивают ее с анализируемым раствором, содержащим неизвестное количество йода в присутствии хлора. К полученному смешанному раствору добавляют еще избыток аммиака.

В определенный объем титрованного раствора и в такой же объем смешанного раствора вводят одинаковые количества осадителя AgNO_3 и получают, таким образом, одинаковые по весу радиоактивные осадки AgJ^* .

Для измерения активности выделенных осадков необходимо из них приготовить стандартные радиоактивные препараты. Для этого служит специальный фильтровальный прибор (рис. 15), с помощью которого получают радиоактивные

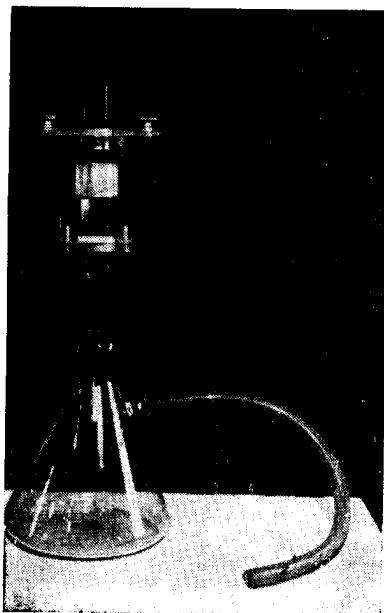


Рис. 15. Фильтровальный прибор для получения стандартных препаратов радиоактивных осадков. Листок фильтровальной бумаги плотно зажимается между плексигласовым фильтром и стеклянным цилиндром. Жидкость, содержащую суспензию радиоактивного осадка, наливают в стеклянный цилиндр. Фильтрация идет под вакуумом.

препараты одинакового диаметра и одинаковой толщины (вес осадков одинаков!).

Содержащееся в формуле (14) отношение удельных активностей йода в стандартном растворе и в анализируемом растворе (обозначим его через α) может быть экспериментально определено как отношение активностей, полученных указанным выше способом стандартных радиоактивных препаратов осадков AgJ^* :

$$\alpha = \frac{a_0}{a} = \frac{x_0}{x}, \quad (15)$$

где x_0 — активность осадка выделенного из стандартного раствора, x — активность осадка, выделенного из «изотопно разведенного» раствора.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из свинцового стекла и набор дистанционных инструментов. Изотоп йод-131 является гамма-излучателем!
3. Фарфоровая кружка для радисативных отбросов.
4. Бюретки.
5. Пипетки с шприцем.
6. Химические стаканчики на 150 мл.
7. Стеклянные палочки.
8. Промывалка с грушей.
9. Электроплитка.
10. Фильтровальный прибор для получения стандартных радиоактивных осадков (рис. 15).
11. Капельница со спиртом (для подсушки осадка AgJ^* на фильтре) и 1% раствор плексигласа в дихлорэтаноле (для закрепления осадка AgJ^* на фильтре).
12. Чашка Петри для переноски радиоактивных препаратов.
13. Водоструйный насос с предохранительной склянкой.
14. Счетная установка Б-2.
15. Подложка из плексигласа для закрепления препаратов под торцовым счетчиком.
16. Радиоактивный препарат йода-131 в соединении NaJ с удельной активностью раствора около 0,1 мкК/мл и концентрацией йода $< 0,1$ мг/мл.

17. Растворы: NH_4NO_3 (2 н. и твердая соль), NH_4OH (10%), NaJ (0,05 н) и AgNO_3 (0,05 н).
18. Анализируемый раствор смеси NaJ и NaCl .

Выполнение работы

1. Внести из бюретки 10 мл титрованного раствора NaJ (0,05 н) в химический стаканчик.
2. Прибавить 2 мл NH_4NO_3 и 1 мл радиоактивного раствора NaJ^* .
3. Осадить йод титрованным раствором AgNO_3 (0,05 н), взяв по каплям из бюретки точно 5 мл этого раствора. При получении стойких мелкокристаллических суспензий AgJ^* следует добавить в стаканчик несколько кристалликов NH_4NO_3 , осторожно помешивая суспензию. Нагреть раствор с осадком до тех пор, пока не произойдет полная коагуляция осадка. Дать осадку отстояться.
4. С помощью фильтровального прибора (рис. 15) получить стандартный радиоактивный препарат осадка AgJ^* по следующей методике.

Проверяют исправность прибора и подготавливают его к работе. Для этого фильтровальный прибор подключают к водоструйному насосу через предохранительную склянку. Фильтрацию осадков производят через 3-слойный бумажный фильтр («голубая лента»). Перевод осадка из стаканчика на бумажный фильтр производится в следующем порядке: сначала небольшими порциями фильтруется маточный раствор; затем осадок заливают раствором NH_4NO_3 , и суспензию фильтруют также небольшими порциями; стаканчик тщательно промывают раствором NH_4NO_3 , добываясь полного перенесения осадка на бумажный фильтр. Далее через осадок на фильтре пропускают несколько мл спирта для просушивания осадка. Снимать бумажный фильтр с осадком нужно очень аккуратно пинцетом с тем, чтобы не разрушить препарат и не оставить осадок на краях стеклянного цилиндра фильтровального прибора. Полученный на фильтре осадок закрепляют каплей раствора плексигласа в дихлорэтаноле.

5. Поместить в стаканчик 10 мл анализируемого раствора смеси NaJ и NaCl .

Примечание. Для осаждения йода будет взято такое же количество осадителя, как и в п. 3 (5 мл 0,05 н AgNO_3). Как было указано выше, осаждение йода должно произойти в этом случае при недостатке осадителя. Поэтому анализируемый раствор должен удовлетворять следующему условию: количество йода в нем должно быть больше 0,25 мг-экв (5 мл \times 0,05 мг-экв/мл).

Таблица 8

Измерение активности осадков AgI*

Дата измерения:

Тип установки: № установки:

Тип счетчика: № счетчика:

 $V_H = \dots \text{в}; V_P = \dots \text{в}; k = \dots$ Фон счетчика $N_{\Phi} = \dots$ имп/мин.Время измерения фона счетчика $t_{\Phi} = \dots$ мин.

№№	Время измерения t мин.	Показания счетчика a (b)	$n = ak + b$	$N = \frac{n}{t}$	$N - N_{\Phi}$	Абсолютные ошибки*
1					$x_0 = \dots$	$\Delta x_0 = \dots$
2					$x = \dots$	$\Delta x = \dots$

* Абсолютные ошибки Δx_0 и Δx рассчитать по формуле статистической ошибки:

$$D = \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\Phi}}{t_{\Phi}}}$$

Окончательный результат измерений:

 $x_0 = \dots \pm \dots$ имп/мин. $x = \dots \pm \dots$ имп/мин.

Вычисления:

$$\alpha = \frac{a_0}{a} = \frac{x_0}{x} = \dots$$

 $P_0 = \dots \pm \dots$ мг-экв. $P_x = P_0(\alpha - 1) = \dots$ мг-экв.

Относительная ошибка результата опыта:

$$\delta = \frac{\Delta P_x}{P_x} = \frac{\Delta P_0}{P_0} + \frac{\Delta \alpha}{\alpha - 1} = \frac{\Delta P_0}{P} + \frac{x \cdot \Delta x_0 + x_0 \Delta x}{x^2(\alpha - 1)} = \dots$$

Абсолютная ошибка результата опыта:

$$\Delta P_x = \delta \cdot P_x = \dots$$
 мг-экв.

Окончательный результат опыта:

$$P_x = \dots \pm \dots$$
 мг-экв.

Прибавить к анализируемому раствору 2 мл NH_4NO_3 (2н), 2 мл NH_4OH (10%) и 1 мл радиоактивного раствора NaI . Нагреть раствор до $70-80^\circ$ и осадить часть йода точно 5 мл титрованного раствора AgNO_3 (0,05н). Приготовление радиоактивного препарата осадка производят так же, как указано в п. 4.

6. Измерить счетчиком активность полученных радиоактивных препаратов. Для этого фильтровальный листок с закрепленным на нем осадком помещают на специальную плексигласовую подложку с зажимом. Позиция подложки выбирается такой, чтобы скорость счета не превышала 3000 имп/мин. Результаты измерений активности записать в таблицу 8.

7. Вычислить отношение активностей препаратов x_0/x и, пользуясь соотношением (15), по формуле (14) вычислить в мг-экв количество йода в анализируемом растворе.

Рассчитать относительную и абсолютную ошибки результата опыта. Результаты всех вычислений также записать в таблицу 8.

Задача

Определить количество фосфора в питательном растворе в вегетационном сосуде, если в сосуд добавлен 1 г $\text{NaH}_2\text{P}^*\text{O}_4$ с общей активностью 10000 имп/мин. Из раствора выделен 0,1 г фосфора в виде осадка фосфорнокислой аммонийно-магниевои соли $\text{MgNH}_4\text{P}^*\text{O}_4$.

Активность осадка оказалась равной 500 имп/мин.

Ответ: В анализируемом питательном растворе содержится 1,75 г фосфора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ан. Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Приселков—Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат. М., 1956.
2. В. И. Спицын, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова—Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1955.
3. Сборник практических работ по радиохимии. Изд. ЛГУ, 1956.
4. Использование радиоактивности при химических исследованиях. ИИЛ, 1954.
5. В. В. Рачинский, А. Г. Трешов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт—Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, М., 1959.
6. С. Комар—Радиоактивные изотопы в биологии и сельском хозяйстве. ИИЛ, 1957.
7. С. Аронов—Изотопные методы в биохимии. ИИЛ, 1959.
8. И. Е. Старик—Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 4

МЕТОД РАДИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Метод радиометрического титрования является одним из новых методов объемного химического анализа.

При проведении анализа обычным титрованием одна из трудностей, снижающих иногда, точность анализа, заключается в определении эквивалентной точки титрования (ЭТТ). Для более объективного и точного определения ЭТТ может быть использован метод радиоактивных индикаторов.

Сущность метода радиометрического титрования заключается в том, что титрование анализируемого раствора ведут в присутствии радиоактивного индикатора. В процессе титрования активность раствора будет изменяться пропорционально вносимому в раствор количеству осадителя (или другого реагента, применяющегося для титрования). В момент, когда все анализируемое вещество прореагирует, дальнейшее изменение активности практически прекращается. Точка перелома кривой титрования как раз и соответствует ЭТТ.

В зависимости от того, где находится радиоактивный индикатор — или в титрованном растворе осадителя, или в растворе исследуемого соединения, или в том и другом, — характер кривой радиометрического титрования будет различным. Рассмотрим в связи с этим три случая радиометрического титрования.

- 1) Если радиоактивный индикатор находится в титрованном растворе осадителя, то активность раствора после прибавления каждой порции осадителя, вследствие перехода радиоактивного индикатора в осадок, сначала будет примерно постоянной. Уровень активности при этом будет определяться растворимостью получающегося осадка. Так будет происходить до тех пор, пока не будет достигнута эквивалентная точка титрования. После достижения ЭТТ активность раствора начнет резко увеличиваться пропорционально введенному количеству титрованного раствора. Получающаяся

в этом случае кривая радиометрического титрования имеет вид, показанный на рис. 16. По объему израсходованного раствора осадителя для достижения ЭТТ легко определяется количество анализируемого соединения.

2) Если радиоактивный индикатор находится в растворе анализируемого соединения, а титруемый раствор осадителя неактивен, то активность раствора в процессе титрования будет вначале уменьшаться пропорционально количеству введенного осадителя. После достижения эквивалентной точки титрования активность раствора перестает практически изменяться. Остаточная активность раствора будет определяться растворимостью полученного осадка. Кривая радиометрического титрования для этого случая показана на рис 17.

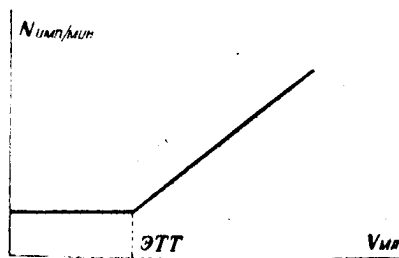


Рис. 16

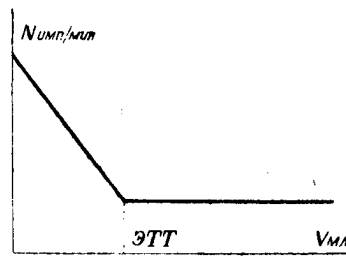


Рис. 17

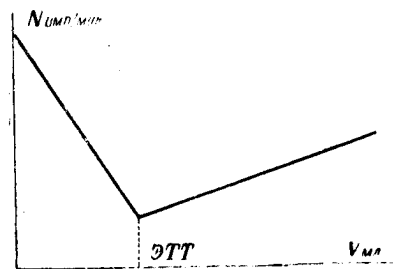


Рис. 18

3) Наконец, если радиоактивный индикатор введен и в титруемый и в анализируемый растворы, то кривая радиометрического титрования будет иметь вид, показанный на

рис. 18. ЭТТ здесь также определяется как точка перелома кривой радиометрического титрования.

Метод радиометрического титрования позволяет определить с помощью радиоактивного фосфора-32 магний, кальций и другие элементы, образующие нерастворимые фосфаты, с помощью радиоактивного серебра-110 галогениды и другие элементы, дающие осадки с серебром и т. д.

Являясь одной из разновидностей объемного анализа, метод радиометрического титрования в ряде случаев имеет преимущества перед обычными методами титрования с применением химических индикаторов. Благодаря применению радиометрического титрования, иногда удается получить большую точность анализа, чем с применением химических индикаторов. Кроме того, бывают случаи, когда не удается подобрать нужный индикатор для установления ЭТТ. Метод радиометрического титрования предоставляет часто экспериментатору больше удобств в работе, чем применение методов весового анализа, связанных с длительным вызреванием осадков, декантацией, фильтрованием, промыванием, прокаливанием и доведением осадков до постоянного веса.

Радиометрическое титрование не обязательно проводить способом получения осадков. Можно применять реагенты, дающие растворимые соединения. При этом продукт реакции может быть экстрагирован несмешивающимся с водой растворителем и тогда следят за ходом изменения активности экстракта. Так можно определить микроэлементы Zn, Hg и др. раствором дитизона с экстрагированием образующихся дитизонатов хлороформом.

Точность метода радиометрического титрования зависит от скорости и полноты протекания реакции согласно ее стехиометрическому уравнению, побочных реакций между анализируемым веществом и реагентом, адсорбционных явлений и радиоактивных примесей в применяемом радиоактивном препарате и т. д.

Следует также напомнить о необходимости строгого соблюдения стандартизации радиометрических измерений.

Для проведения радиометрического титрования может быть использован прибор, схема которого показана на рис. 19.

Анализируемый раствор помещается в химический стакан А. Туда же вносится некоторая индикаторная доза радиоактивного изотопа. В раствор погружается фильтр Б, соединенный с двухходовым краном В. Далее идет кольце-

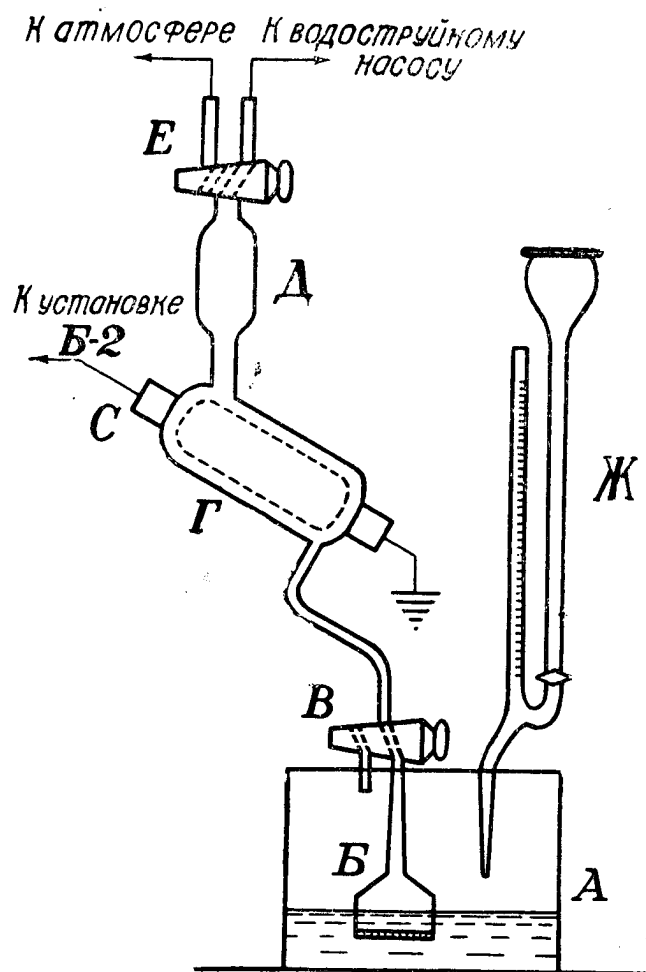


Рис. 19. Схема прибора для радиометрического титрования. Обозначение: А — стакан с раствором, Б — фильтр, В — двухходовой кран, Г — кольцевой сосуд-счетчик, Д — предохранительный сосуд, Е — двухходовой кран, Ж — микробюретка.

вой сосуд-кювета, через полость которой проходит цилиндрический счетчик С. Кювета Г далее подсоединяется к предохранительному сосуду Д, на конце которого также имеется двухходовой кран Е, имеющий выходные каналы к атмосфере и к водоструйному насосу. Над стаканом А устанавливается также бюретка с титрованным раствором. Для перемешивания раствора иногда устанавливают мешалку (например магнитную мешалку).

Принцип работы с таким прибором заключается в следующем.

Вводят в анализируемый раствор строго определенную порцию титрованного раствора и перемешивают раствор с выделяющимся осадком. Иногда для ускорения образования осадка в раствор вносят кристаллики соли — осадка (так называемая «затравка»). Затем через фильтр Б с помощью водоструйного насоса засасывают радиоактивный раствор в кольцевой сосуд Г и измеряют скорость счета без поправки на фон счетчика. Далее поворотом кранов Е и В кольцевой сосуд Г соединяют с атмосферой, и засосанный раствор из кольцевого сосуда Г переливается обратно в стакан А. Такая процедура проводится после введения каждой порции титрованного раствора. Далее по результатам измерений строят кривую радиометрического титрования.

Отметим, что основным признаком точности радиометрического титрования является получение кривых радиометрического титрования в виде ломаных линий (см. рис. 16—18). Если кривые радиометрического титрования имеют плавный ход, то это является признаком наличия каких-то побочных процессов, снижающих или делающих невозможным применение данного метода.

УПРАЖНЕНИЕ

Количественное определение фосфора методом радиометрического титрования

Для анализа дается раствор фосфора с неизвестной концентрацией. Требуется применить метод радиометрического титрования для определения общего количества фосфора в данном растворе.

В качестве радиоактивного индикатора берется фосфор-32 который вводится в анализируемый раствор. Титрование про-

водят неактивным раствором $MgSO_4$. Таким образом в данном случае должна получиться кривая радиометрического титрования, показанная на рис. 17.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из плексигласа.
3. Прибор для радиометрического титрования (комплект).
4. Водоструйный насос.
5. Счетчик галогенный для измерения жесткого бета-излучения и установка Б-2.
6. Пипетка со шприцем.
7. Электрическая плитка.
8. Анализируемый раствор какой-либо фосфорной соли.
9. Препарат радиоактивного фосфора-32 ($NaH_2P^*O_4$) с удельной активностью раствора около 1 мкК/мл с содержанием фосфора менее 0,1 мг P_2O_5 .
10. Растворы: $MgSO_4$ (0,1н), NH_4Cl (10%), NH_4OH (10%).

Выполнение работы

1. Подготовить к работе прибор для радиометрического титрования и счетную установку Б-2.

Особое внимание обратить на надежную работу двухходовых кранов. Перед началом работы еще раз проверить работу счетной установки.

Рекомендуется предварительно потренироваться в работе с прибором без применения радиоактивного изотопа.

2. В стакан А (см. рис. 19) ввести 10—20 мл анализируемого раствора и добавить до $\frac{1}{3}$ объема стакана раствор NH_4Cl и несколько мл NH_4OH до запаха аммиака.

3. В стакан ввести 1 мл радиоактивного раствора с фосфором-32. Тщательно все перемешать.

4. С помощью водоструйного насоса набрать в кольцевой сосуд-кювету Г (см. рис. 19) строго определенный объем раствора из стакана А. Для этого следует сделать метку на предохранительном сосуде Д. Измерить скорость счета, создаваемую радиоактивным раствором до титрования.

У к а з а н и е: Скорость счета должна быть около 10 000 имп/мин. Если скорость счета окажется меньше этой величины, то внести в стакан соответственно еще несколько миллилитров радиоактивного раствора.

5. Спустить раствор обратно в стакан и нагреть его до 60° .

6. Прибавить по каплям 1 мл титрованного раствора MgSO_4 . Тщательно перемешать раствор с осадком.

Если осадок не появляется долгое время, то внести «затравку» в виде кристалликов двойной соли MgNH_4PO_4 (осадок MgNH_4PO_4 получить заранее).

7. Дать осадку отстояться, набрать в кольцевой сосуд Г такой же объем раствора, как и ранее, и вновь измерить скорость счета.

8. Слить раствор обратно в стакан, прибавить следующую порцию титрованного раствора (1 мл) и т. д. Указанный ход

Таблица 9

Результаты определения фосфора методом радиометрического титрования

Дата измерения:

Тип установки: № установки:

Тип счетчика: № счетчика:

$V_n = \dots \text{с}$; $V_p = \dots \text{с}$; $k = \dots$

Фон счетчика $N_\phi = \dots$ имп/мин.

№№	Объем введенного титрованного раствора в мл	Время измерения t мин.	a (b)	$n = ak + b$	$N = \frac{n}{t}$	K_τ	$N_0 = NK_\tau$

Результаты опыта:

ЭТТ = мл (определяется по графику).

В анализируемом растворе содержится . . . мг P_2O_5 .

работы повторяется до тех пор, пока активность раствора не станет примерно постоянной. Результаты измерений записывают в таблицу 9.

9. Построить график радиометрического титрования. По кривой радиометрического титрования определить ЭТТ и рассчитать количество фосфора в мг P_2O_5 в анализируемом растворе.

У к а з а н и е: Радиометрическое титрование проводят за экраном из плексигласа с соблюдением всех правил техники безопасности. После работы прибор для радиометрического титрования промывают теплой водой, подкисленной HCl , а затем раствором фосфата (изотопный вытеснитель для дезактивации). Для этого нужно с помощью водоструйного насоса многократно забирать промывные растворы в кольцевой сосуд-кювету Г и верхний сосуд Д. Стаканчик с радиоактивным раствором и осадком сдать лаборанту.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. И. Спицин, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова — Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1955.
2. Сборник практических работ по радиохимии. Изд. ЛГУ, 1956.
3. A. Langer. J. Phys. Chem., 45, 639, 1941.
4. Меллер, Террил, Сил — Радиометрические методы анализа питьевой воды. Материалы международной конференции по мирному использованию атомной энергии, состоявшейся в Женеве 8—20 августа 1955 г. Том 15. Объединенные нации. Издание Машгиз, М., 1957.
5. В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, 1959.
6. И. Е. Старик. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 5

ИЗУЧЕНИЕ ИЗОТОПНОГО ОБМЕНА

Введение

В природе в результате молекулярно-теплового движения, атомно-молекулярных взаимодействий и внутримолекулярных движений непрерывно происходят самопроизвольные процессы обменного обновления атомно-молекулярного состава среды. При этом такие процессы не сопровождаются какими-либо изменениями химического состава или химических свойств среды. Если в составе среды все химические элементы или некоторые из них представлены несколькими изотопами, то этот процесс обменного обновления атомно-молекулярного состава среды протекает с участием изотопов.

Существование такого рода обменных процессов предсказывалось давно. Так, например, еще Д. И. Менделеев в 1886 году писал: «Если даны частицы АВ и АВ, то А из первой может переходить во вторую частицу и обратно» и далее: «...в состоянии химической неизменяемости уже существует обмен между однородными атомами однородных частиц, в таком же почти виде, как между разнородными атомами разнородных частиц»*.

Однако экспериментально обнаружить эти процессы удалось лишь после открытия изотопии химических элементов.

Уже в ранних исследованиях по химии естественно-радиоактивных элементов был обнаружен медленный обмен ионов решетки природных минералов с изотопными ионами того же элемента, находящимися в водных растворах. Этот эффект, обнаруженный впервые Панетом, был назван в дальнейшем изотопным обменом.

С тех пор, когда благодаря применению метода меченых атомов стало возможным проследивать физико-химический

* Д. И. Менделеев. ЖРХО, 18, 8, 1886.

путь атомов и молекул, процессы обменного обновления атомно-молекулярного состава различных систем стали доступны прямому исследованию.

Мы дадим самое широкое толкование понятию процессов изотопного обмена.

Процессы изотопного обмена — это процессы самопроизвольного обменного обновления изотопного состава различных фаз и различных химических форм, протекающие в любых системах и при любых условиях, но не приводящие к каким-либо изменениям химического состава или химических свойств системы.

В зависимости от выбранного признака, характеризующего процессы изотопного обмена, можно дать различную классификацию процессов изотопного обмена. Если в качестве классификационного признака взять природу, механизм процесса в самом широком понимании, то можно условно выделить два главных типа изотопного обмена: **физический и химический.**

Физический изотопный обмен обусловлен чисто физическими процессами, такими как молекулярная диффузия, испарение и конденсация и т. д.

Химический изотопный обмен — это такой обмен, который происходит путем разнообразных химических реакций. На основе изучения химического изотопного обмена была воочию вскрыта поразительная картина непрерывного динамического обновления атомного и изотопного состава многих химических форм и соединений. На той же основе была развита новая отрасль химии, получившая название **химии изотопов.** Благодаря применению метода меченых атомов были разработаны изотопные методы изучения химических реакций.

В зависимости от того, где и в каких системах происходит изотопный обмен, можно различать **гетерогенный (межфазный) и гомогенный (внутрифазный)** изотопный обмен. Можно также различать **межмолекулярный и внутримолекулярный** изотопный обмен.

В зависимости от того, какие частицы участвуют в изотопном обмене, можно различать следующие случаи изотопного обмена: **атомный, ионный, молекулярный, обмен радикалов.**

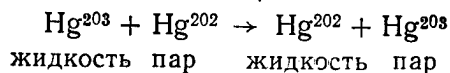
Если изотопный обмен происходит путем прямого обмена частиц, то такой обмен будем называть **прямым** изотопным обменом. Однако в некоторых случаях прямой обмен частиц или не ведет к изменению изотопного состава раз-

личных химических форм, или просто невозможен. Тогда изотопный обмен осуществляется через косвенные механизмы. Такой изотопный обмен будем называть **косвенным**.

Приведем ряд примеров изотопного обмена.

Пример 1. Изотопный обмен жидкой ртути
с ее парами

Если привести в соприкосновение жидкую ртуть, помеченную радиоактивным изотопом ртути-203, с парами обычной нерадиоактивной ртути, то через некоторое время можно легко обнаружить появление радиоактивности в парах и уменьшение ее в жидкости. Это свидетельствует о существовании изотопного обмена между жидкостью и паром:



Механизм этого процесса чисто физический — происходит испарение и конденсация атомов ртути.

Таким образом, в данном примере мы имеем дело с изотопным обменом, который является физическим, гетерогенным, атомным.

Пример 2. Изотопный обмен углерода
между бензолом и его парами

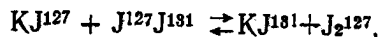
Используя бензол, меченный углеродом-14 или углеродом-13, можно показать существование изотопного обмена углерода между жидким и кристаллическим бензолом. При этом сказывается, что никакого перемещения атомов углерода С или групп СН между разными молекулами нет. Переходят из одной фазы в другую только целые молекулы.

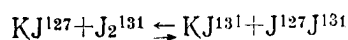
Таким образом, здесь также имеет место физический, гетерогенный изотопный обмен, но в отличие от предыдущего примера молекулярного характера.

Переходим к примерам изотопного обмена химического типа.

Пример 3. Изотопный обмен иодистого калия
с парами йода

При пропускании паров йода, меченного изотопом йода-131, через кристаллики KI происходит изотопный обмен, который можно изобразить следующими уравнениями:

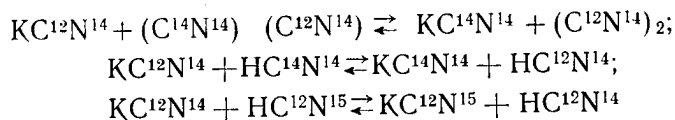




В данном примере изотопный обмен может быть охарактеризован как химический, гетерогенный, атомный.

Пример 4. Изотопный обмен углерода или азота между KCN и $(CN)_2$ и между KCN и HCN

Используя меченые соединения $(CN)_2$ или HCN, находящиеся в газообразной фазе, можно обнаружить реакции изотопного обмена углерода и азота между этими соединениями и KCN в твердой фазе:



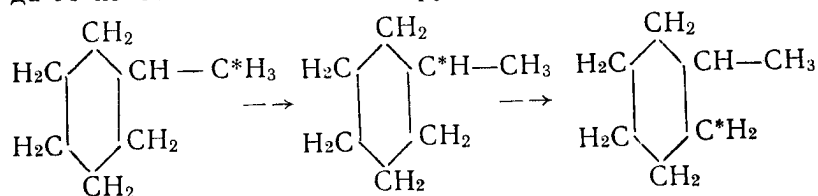
и другие варианты реакций.

Во всех этих случаях происходит обмен двухатомных радикалов CN или ионов $(CN)^-$.

Это также пример химического, гетерогенного изотопного обмена, обусловленного обменом радикалов и ионов.

Пример 5. Изотопный обмен углерода в метилциклогексанае

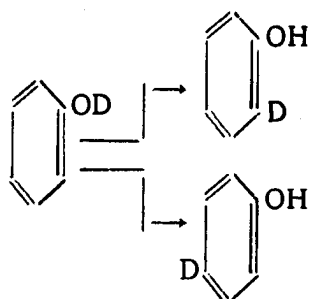
При исследовании метилциклогексана, меченного углеродом-14 в боковой группе, был обнаружен переход углерода-14 из боковой метильной группы в цикл:



Это пример внутримолекулярного изотопного обмена. Процессы внутримолекулярного обмена нелегко бывает отличить от межмолекулярного.

Пример 6. Водородная перегруппировка фенола

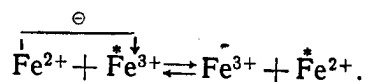
При изучении фенола, меченного дейтерием в гидроксильной группе, был обнаружен переход дейтерия в другие положения бензольного кольца:



Оказалось, что этот переход дейтерия является медленным межмолекулярным обменом, идущим с участием двух молекул.

Пример 7. Изотопный обмен между хлорным и хлористым железом

Если приготовить смешанный раствор из хлорного железа, содержащего радиоактивный изотоп железа-55, и из нерадиоактивного хлористого железа, а затем через некоторое время произвести каким-либо методом разделение двух химических форм железа, то можно обнаружить уменьшение радиоактивности у трехвалентного железа и появление ее у двухвалентного железа. С внешней стороны здесь произошел как бы переход радиоактивного изотопа из одной химической формы в другую. Но так как система является гомогенной и все ионы железа равномерно перемешаны во всем объеме раствора, то прямой обмен ионами железа не может, конечно, изменить распределения изотопов между двумя химическими формами. Появление радиоактивности у двухвалентного железа в данном случае является следствием только одного процесса — химического превращения трехвалентного радиоактивного иона железа в двухвалентного ион путем передачи одного электрона от двухвалентного иона к трехвалентному иону. Схематически этот процесс можно выразить уравнением:

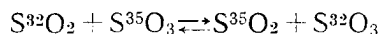


Изотопный обмен в этом примере является химическим, гомогенным, но имеет косвенный характер и по механизму обусловлен переходом электронов.

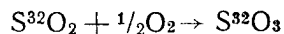
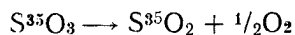
Пример 8. Изотопный обмен между двуокисью и трехокисью серы

Интересный случай косвенного изотопного обмена представляет изотопный обмен в смеси сернистого и серного ангидрида, который можно обнаружить, используя изотоп серы-35.

Реакция изотопного обмена может быть записана в виде следующего уравнения:



В такой смеси не только атомы серы, но и радикалы SO отсутствуют. Прямой обмен между S^{32} и S^{35} при молекулярных столкновениях маловероятен. В действительности, идет обратимая реакция переноса кислорода:



Рассмотренные примеры изотопного обмена являются случаями простейших механизмов изотопного обмена. В реальных условиях часто идут процессы изотопного обмена благодаря сочетанию многих механизмов. Могут быть случаи, когда одновременно или в той или иной последовательности происходят электронные переходы, обмен и переходы атомов, ионов и более сложных частиц.

С кинетической и термодинамической точек зрения следует различать **неравновесный** и **равновесный** изотопный обмен.

Неравновесный изотопный обмен будет иметь место тогда, когда в различных химических формах и фазах системы имеются различия в изотопном составе химических элементов. В этом случае в соответствии со вторым принципом термодинамики будет происходить самопроизвольный процесс, направленный к выравниванию изотопного состава химических форм и фаз системы. И если бы не было никаких различий в термодинамических и кинетических константах изотопов одного и того же химического элемента, то этот процесс шел бы до конца. Однако вследствие существования небольших различий в свойствах изотопов одного и того же химического элемента этот процесс выравнивания изотопного состава идет не до конца. Устанавливается некоторое термодинамическое равновесное распределение изо-

топов, лишь близкое к их равномерному распределению между различными химическими формами и фазами.

Изотопный обмен в условиях термодинамического равновесного распределения изотопов называется **равновесным изотопным обменом**.

Небольшие различия в свойствах и поведении изотопов одного и того же элемента получили название **изотопных эффектов**. В данной работе мы не будем рассматривать эти эффекты. В силу того, что изотопные эффекты малы, во многих случаях на практике можно ими пренебрегать. Изотопный обмен, при котором предполагается установление равномерного распределения изотопов между химическими формами и фазами, принято называть **идеальным изотопным обменом** в отличие от реального изотопного обмена, при котором равновесное распределение изотопов лишь близко к равномерному распределению, но не совпадает с ним.

Кинетика процессов изотопного обмена определяется совокупностью всех внутренних и внешних условий, в которых находится система. При физическом изотопном обмене скорость изотопного обмена определяется скоростью диффузионных процессов. Гораздо сложнее развивается процесс изотопного обмена при химическом изотопном обмене. Здесь одновременно действуют два кинетических фактора: диффузионная кинетика и химическая кинетика. В некоторых случаях лимитирующим фактором, определяющим скорость изотопного обмена, является скорость диффузии частиц. В других случаях, наоборот, медленной стадией изотопного обмена является химическая реакция изотопного обмена и скорость изотопного обмена будет определяться скоростью химической реакции изотопного обмена.

Расчленить эти два кинетических фактора при их совместном действии практически очень трудно. Таким образом теоретическое описание кинетики изотопного обмена представляет сложную теоретическую проблему.

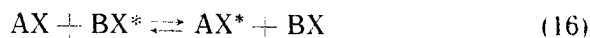
При экспериментальном исследовании кинетики изотопного обмена часто получаются кинетические кривые, имеющие экспоненциальный характер. В некоторых, по-видимому, сложных случаях, экспоненциальный ход кинетики изотопного обмена не соблюдается.

Рассмотрим кратко некоторые наиболее простые результаты теории изотопного обмена.

Пусть имеется два соединения AX и BX^* . В первом соединении содержится немеченый обменный ион X , а во втором — такой же, но меченый ион X^* . Если AX и BX^* привести в контакт в гомогенных или гетерогенных условиях, то в результате реакции изотопного обмена меченый ион X^* начнет переходить в соединение с A , а немеченый — в соединение с B .

В результате этого процесса в системе появятся уже четыре соединения: AX , AX^* , BX и BX^* .

В данном случае мы будем иметь бимолекулярную реакцию изотопного обмена, которую можно записать в виде следующего уравнения:



Введем следующие неравновесные концентрации:

$[AX]_0 = a_0$ — начальная концентрация соединения AX ;

$[BX^*]_0 = b_0$ — начальная концентрация соединения BX^* ;

$[AX] = a$ — неравновесная концентрация соединения AX в данный момент времени t , и далее аналогично:

$$[BX^*] = b^*, [AX^*] = a^*, [BX] = b.$$

В силу закона эквивалентности изотопного обмена и закона сохранения вещества должны соблюдаться следующие зависимости между концентрациями:

$$a + a^* = a_0 \quad (17) \quad b + b^* = b_0 \quad (18)$$

$$a + b = a_0 \quad (19) \quad a^* + b^* = b_0 \quad (20)$$

Из (17—20) вытекает очевидное следствие:

$$a^* = b, \quad (21)$$

физический смысл которого прост — в силу эквивалентности обмена соединения AX^* и BX появляются в системе в эквивалентных количествах.

Предположим, что кинетика изотопного обмена для рассматриваемой реакции (16) является химической.

Используем известные из физической химии правила составления уравнений химической кинетики. Для этого мы прежде всего отметим, что данная реакция является бимоле-

кулярной и обратимой реакцией. Результирующая скорость обратимой реакции образования соединения AX^* должна быть равна разности скоростей прямой и обратной реакций:

$$\frac{da^*}{dt} = \left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{прям.}} - \left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{обратн.}} \quad (22)$$

Так как реакция является бимолекулярной, то скорости образования и распада соединения AX^* должны быть пропорциональны концентрациям двух реагирующих соединений. На этом основании имеем:

$$\left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{прям.}} = k_1 ab^* \quad (23)$$

$$\left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{обратн.}} = k_2 a^* b, \quad (24)$$

где k_1 и k_2 — константы скорости прямой и обратной реакции соответственно.

Как было указано ранее, изотопными эффектами можно пренебречь и считать, что имеем дело с идеальным изотопным обменом. При таком условии, когда предполагается обмен одинаковых частиц, константы скорости реакции k_1 и k_2 должны быть равны друг другу:

$$k_1 = k_2 = k = \text{const.} \quad (25)$$

Итак, на основании формул (22—25) получим следующее уравнение кинетики изотопного обмена:

$$\frac{da^*}{dt} = k(ab^* - a^*b) \quad (26)$$

Любое уравнение кинетики процесса должно в пределе при $t \rightarrow \infty$ переходить в уравнение равновесия или, как принято называть, в уравнение изотермы процесса.

При достижении равновесия $\frac{da^*}{dt} \rightarrow 0$, а так как $k \neq 0$, то из (26) получаем:

$$a_{\infty} b_{\infty}^* - a_{\infty}^* b_{\infty} = 0 \quad (27)$$

В этом уравнении к концентрациям мы подставили индекс ∞ для того чтобы показать, что это будут уже равновесные концентрации в отличие от неравновесных в уравнении (26).

Уравнение изотермы изотопного обмена мы запишем в следующем виде:

$$\frac{a_{\infty}}{a_{\infty}^*} = \frac{b_{\infty}}{b_{\infty}^*} \quad (28)$$

Это же уравнение (28) можно получить и другим путем, исходя из известного закона действующих масс.

Для реакции (16) константа равновесия на основании закона действующих масс будет выражена следующим уравнением:

$$k = \frac{a_{\infty}^* b_{\infty}}{a_{\infty} b_{\infty}^*} \quad (29)$$

Но для идеального изотопного обмена константа равновесия должна быть равна единице: $k = 1$. При этом условии (29) переходит в (28).

Для того, чтобы получить зависимость изменения a^* во времени или, иначе говоря, вывести формулу кинетической кривой, необходимо проинтегрировать уравнение (26).

Предварительно примем следующие пределы интегрирования:

$t = 0$, $a^* = 0$; в момент времени t концентрация $a^* = a_t^*$ (концентрация в данный момент времени). Используя формулы (17), (18) и (21), получим из уравнения (26) следующее:

$$\frac{da^*}{dt} = k[(b_0^* - a^*)(a_0 - a^*) - a^{*2}], \quad (30)$$

откуда после дальнейших алгебраических преобразований:

$$\frac{da^*}{dt} = kb_0^* a_0 \left[1 - \frac{a_0 + b_0^*}{b_0^* a_0} a^* \right] \quad (31)$$

Теперь нужно разделить переменные a^* и t по обеим частям уравнения:

$$\frac{da^*}{1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^*} = kb_0^* a_0 dt, \quad (32)$$

а затем проинтегрировать уравнение в указанных выше пределах.

Проведем интегрирование подробнее:

$$\frac{-\frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} d \left(1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^* \right)}{1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^*} = k b_0^* a_0 dt,$$

$$\ln \left(1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a_t^* \right) = -k(a_0 + b_0^*) t,$$

и окончательно:

$$a_t^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} [1 - e^{-k(a_0 + b_0^*)t}] \quad (33)$$

Из (33) можно вычислить равновесную концентрацию a_∞^* :

$$\text{при } t \rightarrow \infty \quad a_\infty^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \quad (34)$$

Такой же результат можно получить из уравнения изотермы изотопного обмена (28).

Если ввести безразмерную относительную концентрацию

$$F = \frac{a_t^*}{a_\infty^*} \quad \text{и обозначение } \gamma = k(a_0 + b_0^*), \quad (35)$$

то получим из (18):

$$F = 1 - e^{-\gamma t} \quad (36)$$

Это уравнение и выражает экспоненциальный ход кинетической кривой. Константу $\gamma = k(a_0 + b_0^*)$ будем называть **константой кинетики изотопного обмена**. Как видно из (36), эта константа однозначно характеризует кинетику изотопного обмена.

В качестве объективного показателя, характеризующего изотопный обмен, можно ввести величину **периода полуобмена**.

Период полуобмена — это время, в течение которого контролируемая концентрация меченого вещества достигает половины значения от равновесной концентрации. Иначе говоря, период полуобмена — это время, при котором $F = 0,5$.

Из (36) легко установить связь между периодом полуобмена и константой изотопного обмена:

$$T_{1/2} = \frac{\ln 2}{\gamma} = \frac{0,693}{\gamma} \quad (37)$$

Вернемся к рассмотрению уравнения (33). Представляет интерес рассмотреть случай, когда исходные концентрации немеченого и меченого соединений эквимоларны, т. е. выполняется начальное условие:

$$a_0 = b_0 \quad (38)$$

Для такого случая получаем следующую формулу:

$$a_t^* = \frac{1}{2} b_0^* (1 - e^{-2kb_0^* t}) \quad (39)$$

При равновесии, когда $t \rightarrow \infty$, из (19) и (39) имеем:

$$a_\infty^* = \frac{1}{2} b_0^* = \frac{1}{2} a_0 = b_\infty^* \quad (40)$$

т. е. меченый ион поровну распределится между соединениями AH^* и BH^* , а контролируемая равновесная концентрация a_∞^* будет равна половине от начальной концентрации меченого соединения BH^* .

Как уже было отмечено выше, кинетика изотопного обмена может в некоторых случаях определяться скоростью диффузии. При диффузионной кинетике изотопного обмена нужно составлять уже другие дифференциальные уравнения. Точные дифференциальные уравнения, описывающие явления диффузии, дают сложные решения. Поэтому для практических целей можно пользоваться приближенными уравнениями. Одно из таких приближенных уравнений мы запишем в следующем виде:

$$\frac{da^*}{dt} = \beta (b^* - b_p^*) \quad (41)$$

где β — константа скорости диффузии, b_p^* есть концентрация соединения BH^* , равновесная с концентрацией соединения AH^* в данный момент, т. е. a^* и b_p^* связаны друг с другом уравнением изотермы изотопного обмена:

$$b_p^* = \frac{b}{a} a^* \quad (42)$$

Поясним физический смысл взятого уравнения (41).

Молекулы двух химических соединений, между которыми происходит изотопный обмен, пространственно разделены. Диффузия меченого соединения BH^* происходит в свободном пространстве между молекулами обоих соединений.

Средняя неравновесная концентрация свободно блуждающих молекул соединения BX^* есть b^* . Но в местах, где происходит непосредственно акт изотопного обмена и образуются молекулы AX^* , концентрация молекул BX^* будет подвижной равновесной концентрацией по отношению к концентрации a^* .

Эту подвижную квазиравновесную концентрацию мы и обозначили через b_p^* . Так как движущей силой диффузионного процесса является градиент концентрации или просто разность концентраций в различных точках пространства, то, естественно, $b^* > b_p^*$. Уравнение (41) выражает простое физическое предположение, что скорость диффузии пропорциональна разности устанавливающихся в процессе изотопного обмена неравновесной в межмолекулярном пространстве и квазиравновесной (вблизи мест изотопного обмена) концентраций. Константа скорости диффузии β зависит от константы взаимной диффузии обменивающихся молекул и среднего пути диффузии, а также от тех условий, в которых происходит изотопный обмен. На вопрос о том, как производится оценка константы β , т. е. как устанавливаются все эти зависимости для константы β , мы не останавливаемся. Отметим лишь, что константа β должна быть пропорциональна константе диффузии.

Уравнение (41) можно рассматривать как приближенный вариант известного из курса физики уравнения диффузии Фикка. Константу скорости диффузии β в дальнейшем будем рассматривать как некоторую феноменологическую константу, характеризующую скорость диффузионного изотопного обмена.

Используем уравнение (41) для вывода уравнения кинетической кривой: $a^* = f(t)$. Видоизменим сначала уравнение изотермы (42). Для этого напомним соотношения (17) и (18), которые должны соблюдаться при любых условиях: и при равновесии и при отсутствии равновесия. Имеем:

$$\frac{b_p^*}{a^*} = \frac{b}{a} = \frac{b_0^* - b_p^*}{a_0 - a^*} = \frac{b_0^*}{a_0}, \quad (43)$$

исходя из математических свойств пропорций. Получаем:

$$b_p^* = \frac{b_0^*}{a_0} a^* \quad (44)$$

Далее, согласно (20):

$$b^* = b_0^* - a^*. \quad (45)$$

Подставляя (44) и (45) в (41), получим:

$$\frac{da^*}{dt} = \beta \cdot \left(b_0^* - a^* - \frac{b_0^*}{a_0} a^* \right) \quad (46)$$

откуда

$$\frac{da^*}{dt} = \beta b_0^* \left(1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^* \right) \quad (47)$$

Интегрируя (47) в тех же пределах, которые мы применяли при интегрировании уравнения (26), получим следующий вид функции:

$$a_t^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \left[1 - e^{-\beta \left(\frac{a_0 + b_0^*}{a_0} \right) \cdot t} \right] \quad (48)$$

Как видно, полученное уравнение (48) такого же типа, как и уравнение (33), то есть и в случае диффузионной кинетики мы приходим к экспоненциальной зависимости, выраженной в общем виде уравнением (36). Только в случае диффузионной кинетики константа кинетики изотопного обмена $\gamma = \beta(a_0 + b_0^*)/a_0$.

Приведенные результаты наглядно показывают, что при экспериментальном исследовании кинетики изотопного обмена нелегко выяснить истинную природу кинетики изотопного обмена.

Как в случае химической, так и в случае диффузионной кинетики могут получиться одинаковые экспериментальные кинетические кривые экспоненциального типа.

Если же не углубляться в вопрос о природе кинетики изотопного обмена, то уравнение (36) можно рассматривать как полуэмпирическое уравнение с одной эмпирической константой γ , которая и может служить объективным показателем скорости изотопного обмена. Для экспериментального определения этой константы кинетики изотопного обмена необходимо получить экспериментальные значения величины F для различных моментов времени t . Для удобства графического представления кинетической кривой и определения константы γ следует линеаризовать уравнение (36). Из (21) имеем:

$$-\ln(1 - F) = \gamma t. \quad (49)$$

Откладывая в полулогарифмическом масштабе величины $-\ln(1 - F)$ для соответствующих моментов времени, в случае соблюдения экспоненциального закона кинетики мы должны

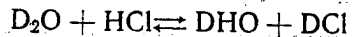
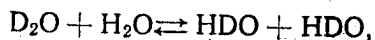
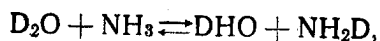
получить прямую линию. По наклону этой прямой легко определяется константа кинетики изотопного обмена γ . А затем по формуле (37) может быть рассчитана и величина периода полуобмена $T_{1/2}$. Для временной характеристики кинетики изотопного обмена можно ввести величину **времени установления равновесия** $t_{\text{равн}}$. Однако при этом надо иметь в виду, что процесс установления равновесия есть процесс асимптотический и теоретически наступает при $t \rightarrow \infty$. Практически же нужно выбрать какой-либо критерий установления равновесия. Таким критерием может служить, например, точность метода определения контролируемой концентрации. Пусть контролируемая концентрация a^* определяется с такой точностью, что ошибка для относительной концентрации F составляет $\pm 0,01$. Тогда за время установления равновесия мы примем время, в течение которого будет достигнута концентрация $F = 0,99$. Тогда согласно (49):

$$t_{\text{равн}} = -\frac{\ln(1-F)}{\gamma} = -\frac{\ln 0,01}{\gamma} = \frac{4,606}{\gamma} = \frac{4,606 \cdot T_{1/2}}{0,693} = 6,65 T_{1/2}$$

Выше мы в качестве контролируемой концентрации брали концентрацию a^* . Но в качестве контролируемой концентрации можно взять и концентрацию b^* . Пользуясь зависимостью (19), легко вывести кинетическую формулу для b^* . Впрочем можно по той же зависимости (4) перейти от b^* к a^* :

$$a^* = b^* - b^* \quad (51)$$

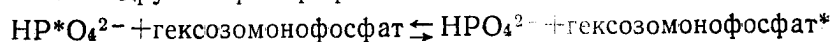
При современном состоянии научных знаний о кинетике химических реакций, в том числе и реакций изотопного обмена, невозможно теоретически предсказать время установления равновесия или другие кинетические параметры для различных систем. Все кинетические характеристики определяются экспериментально. Для разных систем оно колеблется в очень широких пределах — от практически мгновенного установления равновесия до очень медленных реакций, идущих годами. Например, реакции:



протекают практически мгновенно, в то время как, например, для реакции:

$\text{Fe}^*\text{Cl}_3 + \text{Fe(III) протопорферин} \rightleftharpoons \text{FeCl}_3 + \text{Fe}^*(\text{III) протопорферин}$ период полуобмена составляет более двух лет. Полученные обширные данные по изотопному обмену Fe^* с веществами крови, содержащими Fe, показывают, что изотопный обмен протекает весьма длительно.

Или другой пример: реакция:



имеет период полуобмена более 18 часов.

Мы специально остановились на вопросе о кинетике изотопного обмена, имея в виду чрезвычайную важность этого вопроса для биохимии и физиологии. Только благодаря применению метода меченых атомов биохимии и физиологии получили возможность исследовать кинетику и динамику процессов обмена веществ. В основе же этих процессов лежат законы кинетики химических реакций. На основе применения метода меченых атомов в биохимии и физиологии сейчас бурно развивается специальный раздел, посвященный изучению кинетики и динамики метаболизма. Для теоретической интерпретации данных, получаемых с помощью метода меченых атомов, а также для правильной постановки самих исследований с применением метода меченых атомов необходимо широкое привлечение сложного математического аппарата. Так, в настоящее время начали решаться многие задачи биохимии и физиологии, связанные с исследованием обменных фондов, циклов обмена и определением временных характеристик процессов обмена веществ в живых организмах.

УПРАЖНЕНИЕ 1

Изучение кинетики изотопного обмена серебра между осадком и раствором

Система «осадок AgCl — раствор AgNO_3 » является гетерогенной системой. Можно предсказать некоторые качественные особенности реакции изотопного обмена серебра в такой системе. Осадок AgCl как твердая кристаллическая фаза на своей поверхности будет содержать обменные ионы Ag^+ . Эти обменные ионы будут вступать в реакцию изотопного обмена с ионами Ag^+ в растворе. Для того чтобы проследить этот изотопный обмен, необходимо серебро в одной из фаз гетерогенной системы надлежащим образом пометить. В качестве радиоактивного индикатора возьмем изотоп серебра-110 (период полураспада 270 дней).

Сущность работы в данном упражнении будет заключаться в следующем. Будет получен осадок Ag^*Cl , меченный изотопом серебра-110.

Равные порции этого осадка контактируются в течение разных периодов времени с раствором неактивного AgNO_3 . Проводят радиометрические определения активности раствора (раствор становится активным за счет перехода меченого серебра из осадка в раствор). На основании кинетической кривой изотопного обмена определяют константу кинетики изотопного обмена для взятой системы.

Поскольку легкообменивающимися ионами в данной системе будут ионы, расположенные на поверхности кристалликов Ag^*Cl , то такой обмен будет иметь экстракристаллический (или экстрамицеллярный) характер. Эта экстракристаллическая стадия изотопного обмена должна быть относительно быстрой. Она будет зависеть от прочности связи ионов серебра с осадком и от времени диффузии ионов серебра в растворе. Вслед за первой стадией изотопного обмена начнется вторая стадия обмена, связанная с очень медленной диффузией обменивающихся ионов серебра внутрь кристалликов AgCl и из них в раствор, а также перекристаллизацией AgCl . Когда в процессе изотопного обмена есть такие две стадии, из которых одна довольно быстрая, а другая очень медленная, то устанавливающееся для быстрой стадии равновесие является относительным, кажущимся. В данном опыте у нас будет именно такое «кажущееся» равновесие.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из свинцового стекла и набор дистанционного инструмента*.
3. Фарфоровая кружка для радиоактивных отходов.
4. Пробирки с пробками.
5. Бюретка.
6. Пипетка на 1 мл со шприцем.
7. Химический стакан.
8. Электрическая плитка.
9. Встряхивательный аппарат.
10. Центрифуга.
11. Микропипетка на 0,2 мл.
12. Чашечки из алюминиевой фольги.

* Изотоп серебра-110 является гамма-излучателем.

13. Счетная установка Б-2.
14. Препарат радиоактивного серебра-110 в форме AgNO_3 с удельной активностью раствора около 1 мкК/мл и содержанием менее 0,01 мг Ag /мл.
15. Растворы: AgNO_3 (0,05н), HCl (1%).

Выполнение работы

1. Раствор 0,05 н AgNO_3 вливают из бюретки по 5 мл в пробирки (10 штук) и добавляют туда же по 1 мл радиоактивного раствора Ag^*NO_3 для индикации серебра.
2. В стакан с кипящей водой опускают пробирки с раствором Ag^*NO_3 .
3. Производят осаждение Ag^*Cl в пробирках, прибавляя по каплям около 2 мл раствора HCl (1%).
4. Осадок центрифугируют и проверяют полноту осаждения, прибавляя к осветленному раствору 1 каплю раствора HCl . В случае полноты осаждения осветленный раствор осторожно сливают, и осадок промывают холодной водой для удаления хлор-ионов. Для этого пробирки закрывают пробкой и встряхивают на встряхивательном аппарате, а затем снова центрифугируют и сливают промывные воды с осадка. Эту операцию продолжают до тех пор, пока проба промывных вод на присутствие хлор-ионов (индикатор-раствор AgNO_3) не даст отрицательный результат.
5. К приготовленным таким образом осадкам Ag^*Cl в каждую пробирку добавляют по 5 мл 0,05н AgNO_3 и замечают время. Пробирки закрывают пробками и устанавливают в аппарат для встряхивания. Производят встряхивание содержимого пробирок.
6. Через каждые 30 минут из пробирок отбирают пробы для радиометрического определения активности раствора. Для этого, не останавливая встряхивательного аппарата, вынимают из гнезда одну пробирку и быстро вставляют ее в центрифугу. После центрифугирования отбирают из осветленного слоя раствора пробу 0,2 мл и вносят ее в чашечку из фольги с кружочком фильтровальной бумаги на дне. Нанесенный раствор в чашечке выпаривают под инфракрасной лампой, и определяют активность пробы на счетной установке в стандартных условиях. Для большей точности измерений желательно брать пробы с 4—5-кратной повторностью. Результаты радиометрических определений вносят в таблицу 10.

Таблица 10

Измерение активности проб раствора Ag^*NO_3

Дата измерения:
 Тип установки: № установки:
 Тип счетчика: № счетчика:
 Фон счетчика $N_{\Phi} =$ имп/мин.

№	Астрономич. время	Время изотоп- ного обмена в мин.	Время из- мерения t мин.	a (b)	n	N	$K_{\text{с}}$	N_0	$N_{\text{пр}} = N_0 - N_{\Phi}$

У к а з а н и е: Все радиоактивные материалы и отбросы после окончания препаративной работы и проведения измерений следует сразу же сдать лаборанту.

7. По результатам измерений находят максимальные значения активности раствора. Критерием установления равновесия экстракристаллического изотопного обмена будет примерно одинаковая активность последних 3-х проб. По этим 3-м последним измерениям рассчитывают среднюю активность равновесного раствора.

У к а з а н и е: Рекомендуется последние 4 пробы раствора брать через интервалы времени 1 час. Этим самым с большей надежностью будет установлено состояние «кажущегося» экстракристаллического равновесия.

Определив среднее значение активности равновесного раствора, далее рассчитывают относительные концентрации $F = a_t^*/a_{\infty}^*$.

Полученные значения величины F записывают в таблицу 11.
Далее производят расчеты, указанные в таблице 11, а именно: вычисляют величины $(1-F)$, $-\lg(1-F)$ и $-\ln(1-F)$.

Таблица 11

Кинетика изотопного обмена в системе
 Ag^*Cl (тв. фаза) \rightleftharpoons AgNO_3 (раствор)

Время изотопного обмена в мин.	Активность раствора Ag^*NO_3 в нмп/мин.	F	$1-F$	$-\lg(1-F)$	$-\ln(1-F)$

8. Строят два графика: $F=f(t)$ (рис. 21) и $-\ln(1-F)=f(t)$ (рис. 20).

9. По первому графику определяют время полуобмена $T_{1/2}$, как показано на рис. 20. По значению $T_{1/2}$ рассчитывают

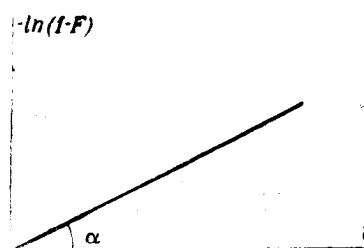


Рис. 20

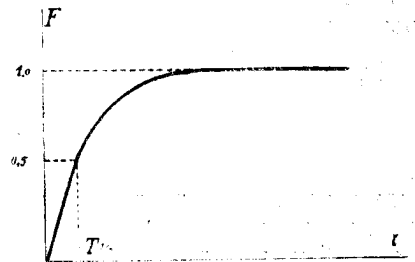


Рис. 21

константу кинетики изотопного обмена γ , пользуясь формулой (37).

10. По второму графику (рис. 20) по тангенсу угла наклона прямой определяют константу кинетики изотопного обмена γ и по формуле (37) рассчитывают время полуобмена $T_{1/2}$.

11. Сравнивают результаты определения τ и $T_{1/2}$ двумя указанными графическими способами.

12. По формуле (50) производят приближенную оценку времени установления равновесия и сравнивают ее с полученной экспериментальной оценкой этой величины по результатам измерений.

УПРАЖНЕНИЕ 2

Определение обменной емкости поглощения ионообменной смолы методом изотопного обмена

Пусть имеется ионообменная смола, насыщенная каким-либо ионом X. Если привести эту смолу в контакт с раствором электролита, содержащим тот же самый, но меченый ион X^* , то будет происходить изотопный обмен такого же типа, который мы разбирали в теоретическом введении. Здесь, так же как и в предыдущем опыте, будет происходить гетерогенный изотопный обмен. В достаточном для опыта приближении будем изотопными эффектами пренебрегать и считать, что изотопный обмен является идеальным с константой равновесия, равной единице: $K=1$.

Введем следующие обозначения:

C^* и S^* —равновесные концентрации меченого иона в растворе и в смоле соответственно, C и S —равновесные концентрации немеченого изотопного иона в растворе и в смоле соответственно.

Уравнение изотермы изотопного обмена запишем в следующем виде:

$$\frac{S}{S^*} = \frac{C}{C^*} \quad (52)$$

Будем опыт ставить так, что в начальный момент меченый ион находился только в растворе. Тогда в силу эквивалентности обмена будем иметь:

$$C + C^* = C_0^*, \quad (53)$$

где C_0^* —начальная концентрация меченого иона в растворе,

$$S + S^* = S_0 \quad (54)$$

где S_0 —искомая обменная емкость поглощения смолы.

Пусть для опыта взята навеска смолы весом g граммов (в расчете на абсолютно сухой вес смолы) и объем раствора меченого иона v мл. По закону сохранения вещества.

$$vC_0^* = gS^* + vC^* \quad (55)$$

Пользуясь системой уравнений (52—55), можно вывести формулу для определения искомой величины S_0 . Экспериментально определяют две величины C_0^* и C^* . Следовательно, все другие величины, входящие в указанную систему уравнений, должны быть исключены.

Из (52), (53) и (54) имеем:

$$S^* = C^* \frac{S_0}{C_0^*} \quad (56)$$

Подставляя (56) в (55), получим искомую формулу:

$$S_0 = \frac{v}{g} C_0^* \left(\frac{C_0^*}{C^*} - 1 \right) \quad (57)$$

В качестве радиоактивного изотопа можно взять любой подходящий изотоп, обеспечивающий метку данного иона.

В данном опыте возьмем изотоп рубидия-86.

Поскольку в формулу (57) входят в качестве множителя член разности концентраций, то для увеличения точности определения S_0 желательно подобрать такие количества смолы и раствора, чтобы C^* была бы близкой к $C^*/2$. Очевидно, что $C^* = C_0^*/2$ при условии:

$$vC_0^* = gS_0 \quad (58)$$

как это вытекает из (57).

Исследуемой смолой будет катионообменная смола КУ-2. Смола КУ-2 имеет ориентировочное значение обменной емкости 4—8 мг-экв/г смолы. Пользуясь этой цифрой, по условию (58) можно подсчитать, какой объем раствора и какую концентрацию C_0^* нужно взять, чтобы получить $C^* \approx C_0^*/2$.

Пример расчета: пусть дано $S_0 = 5$ мг-экв/г, $g = 1$ г, $v = 20$ мл; тогда нужно взять раствор с концентрацией меченого иона

$$C_0^* = \frac{5}{20} = 0,25 \text{ н.}$$

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из свинцового стекла и набор дистанционного инструмента*.
3. Фарфоровая кружка для радиоактивных отходов.
4. Химические стаканчики.
5. Фильтр Шотта.
6. Конические воронки для фильтрования.
7. Бюксы.
8. Колбочки на 25 мл с пробками.
9. Пипетка на 20 мл со шприцем.
10. Встряхивательный аппарат.
11. Микропипетка на 0,2 мл со шприцем.
12. Чашечки из фольги.
13. Смола КУ-2.
14. Радиоактивный раствор 0,2н $Rb^{*}Cl$ с удельной активностью раствора около 0,1 мкК/мл.
15. Растворы: $RbCl$ (1 н), $AgNO_3$ (0,1 н).

Выполнение работы

1. Сперва нужно произвести насыщение смолы ионом Rb . Для этого берут навеску смолы КУ-2 в 10 г, помещают ее в химический стаканчик и заливают 50 мл раствора 1 н $RbCl$. Смола оставляется в растворе $RbCl$ на 12—24 часа.

Затем суспензию смолы переводят на фильтр Шотта и раствор отфильтровывают. Полное насыщение смолы нужно провести в динамических условиях. Для этого нужно смолу пропустить еще 50 мл раствора 1 н $RbCl$. Остатки $RbCl$ отмывают дистиллированной водой. Полноту промывки контролируют отсутствием реакции на ион Cl . Насыщенную ионом рубидия смолу выгружают из фильтра и высушивают до воздушно-сухого состояния. В таком виде смола будет готова к опыту.

2. Берут 6 навесок по 1 г воздушно-сухой смолы в Rb -форме. Одну навеску помещают в заранее взвешенный бюкс для определения влажности смолы. Остальные 5 навесок помещают в колбочки на 25 мл. Каждую навеску смолы заливают 20 мл радиоактивного раствора 0,25н $Rb^{*}Cl$.

3. Колбочки закрывают пробками и ставят в аппарат для встряхивания. Отмечают время начала встряхивания.

* Изотоп рубидий-86 является гамма-излучателем!

Астроно- мическ. время	Время из- отного об- мена в мин.	Время измерения в мин.	a (b)	n	N	K_{σ}	N_0	$N_{np} = N_0 - N_{\phi}$
0*								

Результаты расчетов:

Отношение концентраций $\frac{C_0^*}{C^*} = \frac{x_0}{x} = \dots\dots\dots$

$v=20$ мл, $g= \dots \dots \dots$ г абс. сух. смолы
 $C_0^*=0,25$ мг-экв/мл.

$$S_0 = \frac{v}{g} C_0^* \left(\frac{X_0}{X} - 1 \right) = \dots$$

97

4. Колбочки по очереди через каждые 30 минут снимают с встряхивательного аппарата. Растворы отфильтровывают и из них берут пробы по 0,2 мл для определения активности. Берется проба также из исходного радиоактивного раствора $0,25\text{н Rb}^*\text{Cl}$. Активности растворов определяют обычным способом (выпариванием проб на алюминиевых или стеклянных чашечках; рекомендуется на дно чашечек класть кружок фильтровальной бумаги). Результаты измерений записывают в таблицу 12.

У к а з а н и е: Изотоп рубидия-86 является гамма-излучателем. Поэтому в работе с этим изотопом нужно применять все меры техники безопасности при работе с гамма-активными веществами. После окончания препаративной работы и измерений немедленно все радиоактивные материалы и отбросы сдать лаборанту.

5. Из результатов измерения активности растворов выбирают для дальнейших расчетов последние совпадающие значения активностей. Совпадающие значения активностей последних проб есть признак установления равновесия в системе. Вычисляют среднее значение активности равновесного раствора.

6. По формуле (57) вычисляют искомую емкость поглощения смолы S мг-экв/г абсолютно сухой смолы. Результаты расчетов записываются также в таблицу 12.

ЛИТЕРАТУРА

1. С. З. Рогинский. Теоретические основы изотопных методов изучения химических реакций. Изд. АН СССР, 1956.
2. А. И. Бродский — Химия изотопов. Изд. АН СССР, 1952.
3. Использование радиоактивности при химических исследованиях. ИИЛ, М., 1954.
4. Краткая энциклопедия «Атомная энергия». Гос. научн. изд. «Большая советская энциклопедия». М., 1958.
5. В. И. Спицин, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова — Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1956.
6. Ан. Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Приселков. Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат, М., 1956.
7. С. Комар. Радиоактивные изотопы в биологии и сельском хозяйстве. ИИЛ, 1957.
8. С. Аронов. Изотопные методы в биохимии. ИИЛ, 1959.
9. В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов, Т. П. Щитт — Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV, Изд. ТСХА, 1959.
10. И. Е. Старик. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

ОПЕЧАТКИ К IV ВЫПУСКУ

Стр.	Строка	Напечатано	Должно быть
15	9 снизу	При работе с гамма-активными и бета-активными изотопами больших энергий,	При работе с изотопами, испускающими гамма- и бета-излучения больших энергий,
25	18 снизу	на 25 мм	на 25 мл
27	10 снизу	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_4]\text{X}_2$	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_4]\text{X}_2$
27	9 снизу	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{X}$	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{X}_2$

ОПЕЧАТКИ К V ВЫПУСКУ

23	17 снизу	$J = J_0 \cdot e^{-\mu d}$	$N = N_0 \cdot e^{-\mu d}$
46	рис. 5	одновременной хроматографии	одномерной хроматографии
48	3 снизу	$R_F = \frac{h}{J+h}$	$R_F = \frac{h}{1+h}$
60	5 снизу	$1,6 \cdot 10^{-1}$	$1,6 \cdot 10^{-10}$
76	13 сверху	$\text{Hg}^{203} + \text{Hg}^{202} \rightarrow \text{Hg}^{202} + \text{Hg}^{203}$	$\text{Hg}^{203} + \text{Hg}^{202} \rightleftharpoons \text{Hg}^{202} + \text{Hg}^{203}$
81	16 сверху	$[\text{BX}^*]_0 = b_0$	$[\text{BX}^*]_0 = b_0^*$
83	8 снизу	$\frac{da^*}{dt} = k[(b_0^* - a^*)(a_0 - a^*) - a^{*2}]$	$\frac{da^*}{dt} = k[(b_0^* - a^*)(a_0 - a^*) - a^{*2}]$
84	17 снизу	то получим из (18):	то получим из (33):
85	5 сверху	$a_0 = b_0$	$a_0 = b_0^*$
85	8 сверху	из (19) и (39) имеем:	из (38) и (39) имеем:
87	8 сверху	$a_t^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \times \left[1 - e^{-\beta \left(\frac{a_0 + b_0^*}{a_0} \right) t} \right]$	$a_t^* = \frac{b_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \times \left[1 - e^{-\beta \left(\frac{a_0 + b_0^*}{a_0} \right) t} \right]$
87	6 снизу	Из (21) имеем:	Имеем:
88	17 сверху	$t_{\text{равн.}} = \dots = 6,65 \cdot T_{1/2}$	$t_{\text{равн.}} = \dots = 6,65 \cdot T_{1/2} (50)$
88	16 снизу	по той же зависимости (4)	по той же зависимости
93	3 сверху	$(1F), -\lg(1F) \text{ и } -\ln(1F).$	$(1-F), -\lg(1-F) \text{ и } -\ln(1-F).$
93	4 сверху	$-\ln(1F)$	$-\ln(1-F)$
93	7 сверху	на рис. 20	на рис. 21
94	13 снизу	C^* и S^*	C и S
95	14 снизу	C_0	S_0
95	13 снизу	близкой к $C^*/2$	близкий к $C_0^*/2$
96	16 снизу	фильтр Шотта	фильтр Шотта
96	14 снизу	Для этого нужно смолу	Для этого нужно через смолу
96	1 снизу	рубидий-86	рубидий-86

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Работа № 1. Приготовление раствора с заданной удельной активностью и концентрацией меченого элемента.	5
Работа № 2. Определение радиохимической чистоты радиоактивных препаратов.	19
Работа № 3. Метод изотопного разведения	59
Работа № 4. Метод радиометрического титрования	66
Работа № 5. Изучение изотопного обмена	74

Цена 3 руб.

113584 13/IV 60 г. Объем 5 1/4 п. л. Тип. ГСХА. Зак. 3021. Тир. 5000.

Approved For Release 2011/02/15 : CIA-RDP80T00246A057700270002-1

Цена 3 руб.